



*Université Hassiba BEN BOUALI - CHLEF*  
*Faculté de technologie*  
*Département de génie des procédés*  
*Option: Environnement et Énergies Renouvelables*

## **Mémoire de MAGISTER**

Présenté par :

**TEGGAR Hadjer**

---

### **Optimisation et comparaison des cinétiques d'extraction des extraits aromatiques par procédés classiques et par micro-ondes**

---

Soutenu publiquement le : jeudi 03 - 05 - 2012 -devant le jury composé de :

<b>M : LABBACI Abdallah</b>	M.C.A. (U.H.B.Chlef)	<b>Président</b>
<b>M : BRADA Moussa</b>	M.C.A. (C.U.Khemis Miliana)	<b>Examineur</b>
<b>M : DOUANI Mustapha</b>	M.C.A. (U.H.B.Chlef)	<b>Examineur</b>
<b>M<sup>elle</sup> : KOUADRI MOSTEFAI Soumia</b>	M.C.A. (U.H.B.Chlef)	<b>Examinatrice</b>
<b>M : ACHOUR Djilali</b>	Professeur (U.H.B.Chlef)	<b>Encadreur</b>



# Remerciements

Ce travail a été effectué au sein du Laboratoire de génie des procédés à l'université Hassiba Ben Bouali-Chlef sous la direction de Monsieur Djilali ACHOUR, professeur au département de Génie des procédés. Merci pour votre encadrement sans faille tout au long de ces quatre années, et de m'avoir fait confiance pour mener à bien ce mémoire, ainsi que pour son soutien et ses conseils qu'il me donna au cours de ce travail.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur *LABBACI A*, Maître de conférences, U.H.B.C, qui m'a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

J'exprime toute ma gratitude aux membres de jury, à commencer par :

Mademoiselle *KOUADRI MOUSTEFAI Soumia*, maître de conférences, U.H.B.C.

Monsieur *DOUANI M.* maître de conférences, U.H.B.C,

Monsieur *BRADA M*, maître de conférences, U.K.M,

Pour avoir accepté de juger ce travail et de siéger à ce jury.

Un grand merci à monsieur *HADJ HENNI (SG)*, Staff administratif de la faculté, pour sa disponibilité, son aide précieuse et sa sympathie.

J'adresse ma plus profonde gratitude au Monsieur *Larbi MAHMOUDI*. Il m'a apporté de précieux conseils, il a su être d'un critique éclairé, mettant en avant les aspects positifs de ce travail, mais aussi les faiblesses.

Je remercie également *M<sup>ell</sup> OUDJEDI* du Centre de recherches et Développement (CRD) de Sonatrach de Boumerdès, de m'avoir permis d'utiliser l'équipement (GC/MS).

Mes remerciements s'adressent aux techniciens de différents laboratoires de l'université, particulièrement, *HENNI CHABRA Batoul* pour toute l'aide matérielle qu'ils m'ont fournie.

Enfin, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à quelques personnes très chères qui comptent énormément pour moi. Je pense tout particulièrement à mes parents, mes sœurs et mes frères, qu'ils ont été des acteurs essentiels de l'ensemble de ce projet, et plus généralement toutes mes amies qui m'ont soutenu depuis toujours et que je suis très fière d'avoir à mes côtés.

*Remercîments*

<i>Résumé</i>	<i>I</i>
Introduction générale	1

---

## **Partie I : Étude bibliographique**

---

### *Chapitre I-1 : Les extraits aromatiques*

I-1.1. Introduction	3
I-1.2. Terminologie et définition	3
I-1.3. Répartition botanique	4
I-1.4. Localisation	4
I-1.5. Composition biochimique	5
I-1.6. Facteurs responsables de variabilité quantitative et qualitative des extraits	5
I.1.7. Critères de qualité et de traçabilité	7
I.1.8. Rôle des essences au sein du végétal	7
I.1.9. Domaine d'application des huiles essentielles	7
I.1.10. Mélange des huiles essentielles	9
I.1.11. Conservation des huiles essentielles	9

### *Chapitre I-2 : Les procédés d'extraction*

I-2.1. Introduction	10
I-2.2. Les techniques d'extraction des huiles essentielles	11
I-2.2.i. Les techniques conventionnelles d'extraction	11
i.a. Hydrodistillation	11
i.b. Entraînement à la vapeur d'eau (EV)	12
i.c. L'extraction par solvants volatils	13
I.2.2.ii. Les nouvelles techniques d'extraction	14
ii.a. Extraction par fluide supercritique (SFE)	14
ii.b. Extraction par détente instantané contrôlé (DIC)	15
ii.c. Extraction assistée par micro-ondes (MO)	15
I-2.3. Principe du chauffage micro-ondes	16
I-2.4. Les interactions ondes – matière	17
I-2.5. Propriétés diélectriques d'un matériau	18
I-2.6. Technologie du four à micro-ondes	19
I-2.7. Les procédés d'extraction assistée par micro-ondes	20
1. Extraction par solvant assistée par micro-ondes	20
2. Hydrodistillation assistée par micro-ondes	22
3. Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes	22
4. Hydrodiffusion assistée par micro-ondes et gravité	23

I-2.8. Les micro-ondes et l'environnement	23
I-2.9. Étude comparative des principaux procédés d'extraction	24
I-2.10. Conclusion	26

### ***Chapitre I-3 : Approche fondamentale du processus***

I.3. Présentation générale du phénomène d'extraction	27
I.3.1. Mécanisme de l'extraction	27
I.3.2. Facteurs influençant les performances de l'extraction	30
I.3.3. Modèle de diffusion dans la particule solide	32
I.3.4. Travaux antérieurs sur la cinétique d'extraction	34

### ***Chapitre I-4 : Matière végétale***

I-4.1. Description	35
I-4.2. Les différentes formes de gingembre	36
I-4.3. Composition	36
i. L'huile essentielle	38
ii. L'oléorésine	39
iii. L'hydrolat	40
I-4.3. Fonctions et indications de gingembre	41
I-4.4. Effets secondaires et précautions	43
I-4.5. Travaux antérieurs sur le gingembre	43

---

## **Partie II : Etude expérimentale Méthodes, Compréhension et Valorisation**

---

Introduction	45
--------------	----

### ***Chapitre II-1 : Optimisation des paramètres d'extraction***

II-1.1. Les méthodes conventionnelles d'extraction	47
II-1.1.1. Entraînement à la vapeur	47
II-1.1.2. Extraction par solvant volatil	54
II-1.2. Extraction par micro-ondes	58
II-1.2.1. Hydrodistillation assistée par micro-ondes	58
II-1.2.2. Extraction par solvant assistée par micro-ondes	60
II-1.3. Influence de la taille des particules	62

## ***Chapitre II- 2 : Études comparative et analytique***

II-2.1. Nature des flaveurs contenues dans le gingembre	64
II-2.2. Détermination des propriétés physico-chimiques	65
II-2.3. Cinétique d'extraction	66
II-2.4. Analyse thermique	68
II-2.5. Composition des extraits	69
i. Composition des huiles essentielles de gingembre	69
ii. Composition des oléorésines de gingembre	76

## ***Chapitre II-3 : Modélisation et valorisation du procédé***

II-3.1. Modélisation des données cinétiques	84
II-3.1.1. Modélisation de la cinétique d'extraction des huiles essentielles de gingembre obtenue par EV et par MO	85
II-3.1.2. Modélisation de la cinétique d'extraction des oléorésines de gingembre obtenue par SOXHLET et par MO	88
II-3.2. Compréhension des phénomènes mis en jeu et mécanisme de l'extraction par MO	90
II-3.3. Impact environnemental	91
II-3.4. Étude technico-économique de la méthode d'extraction par MO	93

<b><i>Conclusion générale et perspectives</i></b>	<b>96</b>
<b><i>Références bibliographiques</i></b>	<b>II</b>
<b><i>Liste des tableaux</i></b>	<b>III</b>
<b><i>Liste des figures</i></b>	<b>IV</b>
<b><i>Liste des abréviations</i></b>	<b>V</b>
<b><i>Annexes</i></b>	<b>VI</b>



## **Résumé :**

L'une des valorisations possibles des espèces végétales que nous avons envisagée est l'extraction de leurs extraits dont l'importance économique est considérable. Notre étude s'est portée sur le gingembre, vu son abondance relative et la haute valeur ajoutée de son extrait, cette dernière possède grâce à ses principes actifs, un pouvoir médicinal considérable. L'extraction des essences et des oléorésines contenues dans les rhizomes de gingembre, a été réalisé par les méthodes classiques et par micro-ondes. Les huiles essentielles et les oléorésines extraites, sont analysées par la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS); ce qui a permis, d'une part d'identifier plusieurs composés dont les principaux sont : Zingiberène, Curcumène, n-Gingerol et le n-Shogaol. D'autre part, d'établir une analyse quantitative à partir de chacun des deux procédés étudiés. Une comparaison des deux techniques d'extraction a été également faite du point de vu énergie, temps d'extraction, qualité des extraits et protection de l'environnement.

## **Summary:**

Among the possible valorization of plant species that we considered is the extraction of their essences, whose importance economic is considerable. They have applications in the most varied fields, food processing, pharmaceutical, cosmetics and perfumes. Our study has focused on the ginger. With this intention, the essential oil and oleoresins of ginger was extracted, by conventional method and microwave. Essential oils and oleoresins extracted are analyzed by gas chromatography coupled with spectrometry of mass (GC/SM), allowing one hand to identify several compounds: zingiberene, Curcumene, n-gingerol and n-shogaol. Secondly, to establish a quantitative analysis from each of the two processes studied. A comparison of these extraction techniques was carried. The selected parameters are the energy, extraction time, quality extracts and environmental protection

## **ملخص:**

من بين التثمينات الممكنة التي رأيناها للنباتات هي استخراج عصارته ذات الأهمية الاقتصادية المعتبرة والتي لها تطبيقات في ميادين مختلفة: الصناعات الغذائية الصيدلانية مواد التجميل و العطور . خصصت هذه المداخلة لدراسة الزنجبيل .قمنا باستخراج الزيوت و الراتنجات الموجودة في جذور الزنجبيل بالطرق الكلاسيكية و بالميكروويف .تم تحليل الزيوت الاساسية و الراتنجات المستخرجة بواسطة الكروماتوغراف الغازي مقرون بمطياف الكتلة مما سمح بتحديد عدة مركبات من جهة والتحليل الكمي من جهة أخرى لكل طريقة من الطرق المدروسة. أجرينا أيضا مقارنة بين الطريقتين المستعملتين من جانب: الطاقة الوقت اللازم لاستخراج نوعية المستخلص و الحفاظ على البيئة.

*Introduction  
générale*

Les premières techniques d'extraction des produits aromatiques d'origine végétale ont vu le jour lorsque l'homme a pris conscience de l'intérêt de la nature qui l'entourait et de ses bienfaits. Depuis ces temps très anciens, les diverses civilisations du monde entier ont chacune apporté une pierre à l'édifice dans le domaine de l'extraction.

Les Egyptiens utilisaient une technique d'enfleurage ou de diffusion de molécules aromatiques sur divers support gras. En Asie, les décoctions et tisanes étaient préférées. Si l'apparition du feu, fut l'un des événements majeurs dans l'histoire de l'humanité, il fallut cependant attendre l'avènement de la civilisation Arabe pour qu'un usage en soit fait dans le domaine de l'extraction.

Plus tard, la civilisation Arabe dont Bagdad, Bassora et Damas étaient les principaux centres commerciaux, développa le commerce des épices et des aromates, et donna une grande impulsion à l'Art de la distillation<sup>(1)</sup>.

C'est Geber (721-815), qui mentionna le premier de façon écrite, la description de la distillation « sèche » et celle par l'intermédiaire de l'eau. L'Alambic est incontestablement associé à Avicenne (930-1037), tout comme le vase florentin est associé à Giovanni Baptista della Porta (1540-1615).

L'ère industrielle a pris peu à peu le pas sur un certain empirisme et développa ainsi de nouvelles techniques de distillation. Aujourd'hui, « la distillation » telle que l'avait élaborée les scientifiques Arabes, n'est plus à proprement parler la seule technique d'obtention des huiles essentielles. Les nouvelles technologies telles que les extractions par les fluides supercritiques ou par les micro-ondes, plus sophistiquées, sont désormais mises à contribution afin de pouvoir obtenir des extraits aromatiques d'origine végétale de qualité accrue et dans des délais plus courts par rapport à ceux des techniques traditionnelles. En effet, la technologie micro-ondes réputée pour ses qualités en termes de spécificité et de rapidité de chauffage n'est pas restée insensible à ce domaine de l'extraction puisque, depuis les premiers brevets parus au début des années 1990, plusieurs méthodes d'extraction assistée par microondes ont été développées.

Ce mémoire de thèse composé de trois parties a pour but de présenter le travail effectué pour la conception, la mise au point, et la valorisation de cette nouvelle technique d'extraction assistée par micro-ondes.

- La première partie consacrée à un tour d'horizon bibliographique s'articule autour de quatre axes principaux :

---

## *Introduction générale*

---

- ✓ Introduction à la notion d'huiles essentielles,
- ✓ les différentes méthodes d'extraction en abordant plus particulièrement l'extraction par micro onde,
  - ✓ Le troisième chapitre de cette même partie est consacré à l'approche fondamentale du processus, la définition des différentes étapes et l'identification du processus limitant.
  - ✓ Finalement, une description de la plante étudiée et de leur isolat aromatique seront développés.
    - La seconde partie, s'articule autour de trois axes :
      - ✓ Les étapes de la conception, et de la mise au point des procédés d'extraction par les méthodes conventionnelles et par micro-ondes sont décrites.
      - ✓ La réalisation d'une étude analytique et comparative entre les procédés d'extraction innovants assistés par micro-ondes et les méthodes classiques, sur la cinétique d'extraction et la composition chimique des huiles essentielles et des oléorésines de gingembre obtenues,
      - ✓ Modélisation de la cinétique d'extraction, dans le but d'explicitier le phénomène d'extraction, l'étude environnementale, et l'étude économique, dans le but de connaître le coût total d'une analyse, par les deux méthodes, classiques et micro-ondes.
    - La dernière partie, se présente sous forme d'une conclusion générale sur les différents travaux réalisés et les perspectives des actions à mener.

# Partie I :

## Étude bibliographique

*Chapitre I-1 : Les extraits aromatiques*

*Chapitre I-2 : Procédés d'extraction*

*Chapitre I-3 : Approche fondamentale du processus*

*Chapitre I-4 : Matière végétale*

# *Chapitre I-1*

*Les extraits aromatiques*

### **I-1.1. Introduction**

L'homme a toujours recherché et utilisé les plantes, non seulement à des fins domestiques et alimentaires, mais aussi dans un but thérapeutique.

Il semblerait que ce soit les Egyptiens, dont l'histoire remonte à plus de 4 000 ans qui furent les premiers à tirer partie du règne végétal dans un souci esthétique et spirituel. De petits récipients ayant, semble-t-il, contenant des essences et des parfums ont été retrouvés dans les sarcophages des rois <sup>(1)</sup>.

Les substances chimiques de synthèse sont des substances mortes dont les déchets non éliminés et stockés dans certains organes perturbent et dévitalisent l'homme <sup>(2)</sup>. À l'inverse, les huiles essentielles sont des produits naturels qui développent une revitalisation intense de l'organisme <sup>(2)</sup>. Ces molécules, de grand intérêt pour la médecine, n'auraient jamais pu être découvertes sans la médecine traditionnelle.

Beaucoup de travaux sont réalisés dans ce sens, du fait de l'importance incontestable des huiles essentielles dans divers secteurs économiques, comme par exemple, l'industrie de la parfumerie et de la cosmétique, l'industrie alimentaire, l'industrie pharmaceutique et plus particulièrement, la branche de l'aromathérapie qui utilise leurs propriétés bactéricides et fongicides.

### **I-1.2. Terminologie et définition**

Les huiles essentielles sont des mélanges de composés lipophiles, volatils et souvent liquides qui sont stockés dans des tissus végétaux, et extraits des plantes grâce à des procédés physiques (hydrodistillation, entraînement à la vapeur ou expression à froid pour les huiles d'agrumes) <sup>(3)</sup>.

Les huiles essentielles ne sont pas présentes dans toutes les plantes : parmi les 800 000 espèces végétales recensées, seules 10% sont capables de synthétiser une essence. Ces plantes sont alors dites aromatiques <sup>(7)</sup>.

Les produits obtenus par extraction avec d'autres procédés que ceux cités ci-dessus ne sont pas repris dans la définition d'huile essentielle donnée par les normes de l'Association Française de Normalisation (AFNOR) <sup>(3)</sup>. Ceux-ci portent alors les noms de :

- **Oléorésines** (concrètes et résinoïdes) : constituent des concentrés d'épice, sont des extraits liquide qui contiennent des principes odoriférants volatils (huiles essentielles) et des principes aromatisants non volatils (résines, huiles grasses, constituants âcres) qui caractérisent

la saveur, la couleur et d'autres aspects du produit de base. Ils sont obtenus par macération d'une matière végétale aromatique avec un solvant organique qui sera éliminé par distillation sous pression réduite en fin d'opération <sup>(18. 10)</sup>.

- ✓ **concrète** : obtenu à partir d'une matière première fraîche d'origine végétale, par extraction au moyen d'un solvant non aqueux <sup>(29)</sup>;
- ✓ **résinoïde** : obtenu à partir d'une matière première sèche d'origine végétale, par extraction au moyen d'un solvant non aqueux <sup>(29)</sup>;
- **absolue** : obtenue à partir d'une concrète, par extraction à l'éthanol à température ambiante <sup>(29)</sup>.

Bien qu'on les appelle huiles, ces substances ne contiennent aucun corps gras, contrairement à une huile végétale, une goutte déposée sur un papier s'évaporerait sans laisser de trace <sup>(7)</sup>.

Aujourd'hui les huiles essentielles sont aussi produites synthétiquement et on les trouve sur le marché sous les deux formes.

### **I-1.3. Répartition botanique**

Les huiles essentielles sont largement répandues dans le règne végétal et sont particulièrement abondantes dans certaines familles comme les rutacées, les labiées, les conifères, les myrtacées, les ombellifères et les lamiacées pour ne citer que les plus importantes. Elles peuvent se retrouver dans tous les organes végétaux comme: <sup>(19. 17)</sup>

Racine (Vétiver) – bulbe (Ail) - rhizome (Gingembre) -Tige (Petits grains) - bois (Bois de Rose, Cèdre, Santal) - écorce (Cannelle) - Feuille (Citronnelle, Eucalyptus) – bourgeon (Pin) – sève (Encens, Myrrhe) - Fleur (Ylang-ylang, Rose, Lavande) – fruit (Orange) - graine (Muscade, Anis)

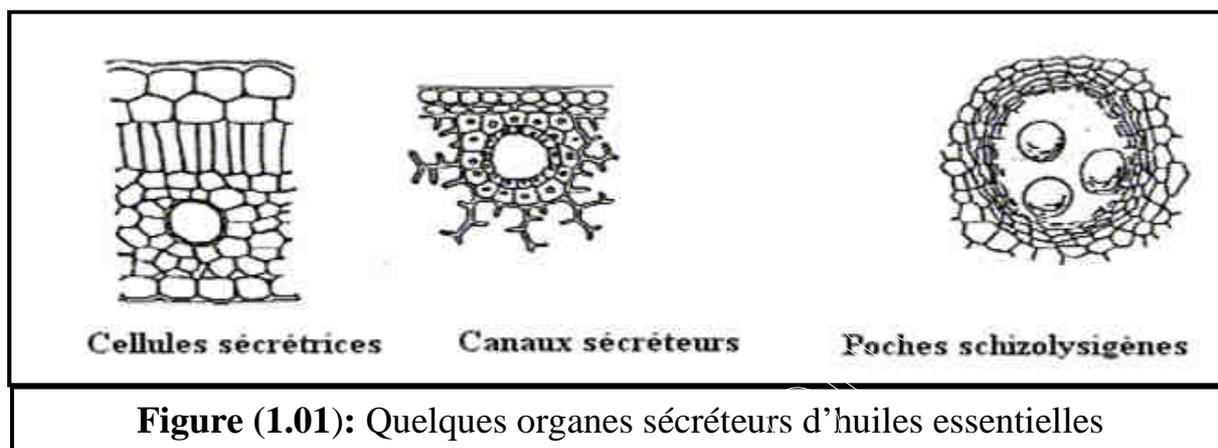
### **I-1.4. Localisation des huiles essentielles dans la plante**

Les huiles essentielles sont localisées dans le cytoplasme de certaines cellules végétales sécrétrices qui se situent dans un ou plusieurs organes de la plante, le plus souvent situées sur ou à proximité de la surface. Ces structures peuvent être <sup>(4.5)</sup>:

- ✓ Des canaux sécréteurs (conifères).
- ✓ Des cellules sécrétrices isolées pouvant être épidermiques ou internes.

- ✓ Des poils sécréteurs externes (labiées, géraniacées) ou internes (eucalyptus).

Elles diffèrent par leur taille, leur paroi ou leur contenu, caractérisant parfois une famille donnée. Elles jouent un rôle important dans la détermination des conditions d'extraction des produits volatils qu'elles contiennent <sup>(6)</sup>.



**Figure (1.01):** Quelques organes sécréteurs d'huiles essentielles

### I-1.5. Composition biochimique

Comme l'explique Garnero <sup>(43)</sup>, les huiles essentielles constituent des mélanges complexes de composés organiques possédant des structures et des fonctions chimiques très diverses. Ainsi, par l'analyse instrumentale moderne (chromatographie gazeuse capillaire, couplage chromatographie gazeuse – spectrométrie de masse), on peut compter jusqu'à plusieurs centaines de composants.

A coté des composés majoritaires (entre 2 et 6 généralement), on trouve des composés minoritaires et un certain nombre de constituants sous forme de trace <sup>(7)</sup>. L'ensemble de ces composés peut être divisé en deux grands groupes <sup>(69)</sup>:

#### **Les terpènes :**

Les composés de type terpénique sont largement rencontrés dans les huiles essentielles. Bien que les hydrocarbures terpéniques aient des structures très diverses, ils sont formés d'un multiple pair ou impair d'unités de 2-méthylbuta-1,3-diène ou appelé encore isoprène. On distingue ainsi selon le nombre d'atome de carbone constituant les molécules de ce groupe: les monoterpènes (C<sub>10</sub>), les sesquiterpènes (C<sub>15</sub>), les diterpènes (C<sub>20</sub>), les triterpènes, (C<sub>30</sub>) et les tétraterpènes (C<sub>40</sub>). Les terpènes le plus rencontrés dans les huiles essentielles sont les terpènes les plus volatils c'est à dire ceux dont la masse moléculaire n'est pas trop élevée telles que les mono et les sesquiterpènes.

**Les composés phénoliques :**

Les composés phénoliques dérivés du phénylpropane (C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>) sont beaucoup moins fréquents que les terpènes. Souvent, ils sont des allyls, des propényl phénols et parfois des aldéhydes.

**I-1.6. Facteurs responsables de la variabilité quantitative et qualitative des extraits**

Les huiles essentielles présentent une très grande variabilité, tant au niveau de leur composition, qu'au plan du rendement des plantes d'origine <sup>(42)</sup>. Cette variabilité peut s'expliquer par différents facteurs, que nous pouvons regrouper en deux catégories :

**Facteurs extrinsèques :** en lien avec la méthode d'extraction :

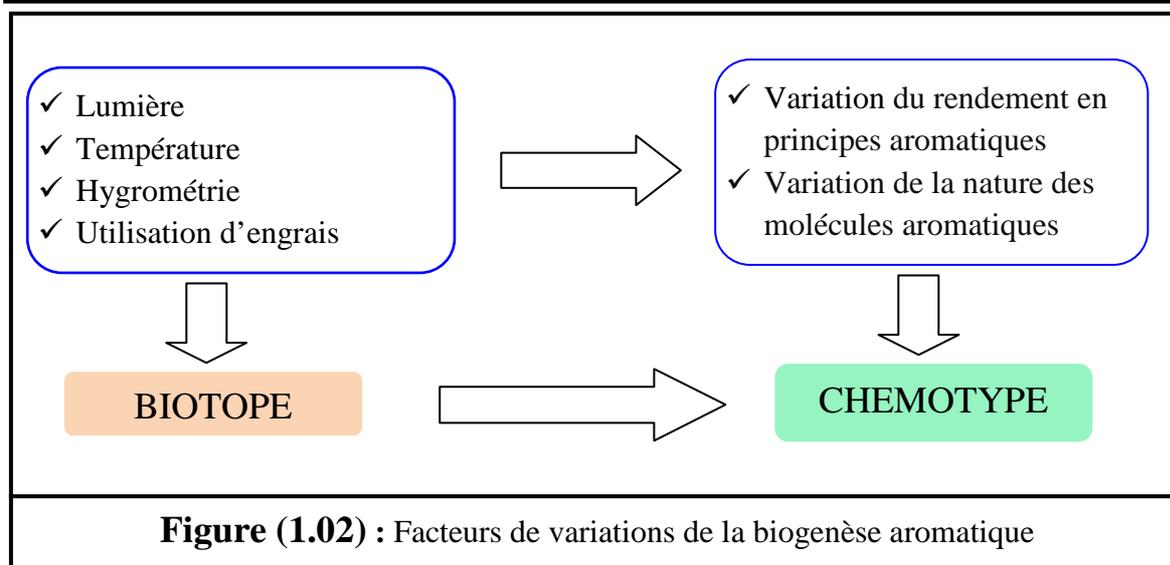
- Une mauvaise conduite de la distillation via <sup>(8)</sup> :
  - ✓ une mauvaise gestion de la chauffe ;
  - ✓ un mauvais refroidissement.
- A la carbonisation du matériel par contact avec les parois de la cucurbitte donnant des huiles avec des notes de brûlé <sup>(12)</sup>;
- Aux alambics rouillés donnant une mauvaise coloration de l'huile ;

**Facteurs intrinsèques,** liés à l'espèce, au type de clone, à l'organe concerné, à l'interaction avec l'environnement (type de sol ou de climat, ...) et au degré de maturité du végétal concerné, voire au moment de la récolte au cours de la journée <sup>(42)</sup>.

**I-1.6.1. Impact du Biotope sur le Chémotype**

- **Biotope** ou le milieu de vie : des conditions de synthèse aromatique propre au lieu de la croissance de la plante entraînent l'apparition de molécules aromatiques particulières. On observera pour des huiles essentielles, issues d'une même plante, mais provenant de zones géographiques différentes, une variation du rendement en molécules aromatiques ainsi qu'une variation de la nature de ces molécules <sup>(11)</sup>.

- **Chémotype** : Les chémotypes (race chimique), sont très fréquents chez les plantes aromatiques et reflètent les variations de biogenèse liées au Biotope. Il sera nécessaire de s'assurer avec certitude de la composition chimique d'une l'huile essentielle, lorsqu'elle est destinée à la thérapie <sup>(11)</sup>.



### I-1.7. Critères de qualité et de traçabilité

Il est important de s'assurer de la qualité de l'huile essentielle utilisée : elle ne doit pas être coupée, allongée ou mélangée ni avec d'autres huiles essentielles, ni avec des molécules de synthèse.

Pour éviter l'utilisation d'huiles essentielles falsifiées, les informations suivantes, signes de qualité et traçabilité, doivent être indiquées sur le flacon <sup>(7)</sup> :

- ✓ **Variété botanique** : un même terme peut désigner des produits différents. Le nom de l'espèce botanique doit figurer en français et surtout en latin sur le flacon.
- ✓ **Partie du végétal d'où est extraite l'huile essentielle** : certaines plantes peuvent produire plusieurs huiles essentielles différentes selon les parties distillées.
- ✓ **Chémotype** : une plante, de même variété botanique, élabore des huiles essentielles de composition biochimique différente (donc de propriétés différentes) en fonction de son origine (pays, climat, altitude, sol, saison,...). Il est indispensable que le chémotype exact de chaque huile essentielle soit indiqué sur l'étiquette pour que l'utilisateur puisse faire la distinction.
- ✓ **Mode d'extraction** : il permet de savoir si l'huile essentielle a été produite en utilisant des solvants.

### I-1.8. Rôle des essences au sein du végétal :

Le rôle des huiles essentielles dans la plante est mal connu <sup>(16)</sup>. Il pourrait s'agir de produits de déchets du métabolisme. Certains auteurs, pensent qu'elles auraient des rôles <sup>(4, 14)</sup> :

- ✓ attractif, vis-à-vis des insectes afin de favoriser la pollinisation,
- ✓ barrière contre l'évaporation,

✓ protecteur par action antiseptique vis-à-vis de certains microorganismes comme les champignons.

D'autres considèrent l'huile comme source énergétique, facilitant certaines réactions chimiques, et conserve l'humidité des plantes dans les climats désertiques <sup>(15)</sup>.

### **I-1.9. Domaine d'application des huiles essentielles**

Les huiles essentielles entrent dans la composition de parfums, de cosmétiques (shampooings, gel-douches, crèmes, laits, déodorants corporels), de produits d'entretien (savons, détergents, lessives, assouplissants de textile) et de tout autre produit, comme par exemple insecticides, désodorisants d'ambiance, diffuseurs, bougies. Elles sont aussi utilisées comme arômes pour ajouter aux aliments des odeurs et/ou des saveurs. Enfin, elles ont certaines propriétés thérapeutiques et des applications en aromathérapie <sup>(9)</sup>.

#### **I-1.9.1. Assainissement de l'air et des systèmes de ventilation au moyen des huiles essentielles**

Les systèmes de traitement d'air des bâtiments recouvrent de nombreux microorganismes susceptibles d'avoir des effets néfastes sur la santé des personnes exposées, en particulier dans les milieux hospitaliers.

L'utilisation de produits désinfectants classiques se fait de plus en plus au détriment de la nature et des hommes puisque les produits chimiques utilisés sont souvent dangereux à manipuler et participent à la dégradation de l'environnement <sup>(17)</sup>.

L'objectif de l'utilisation des huiles essentielles est de répondre de manière écologique aux divers problèmes de contaminations des systèmes de ventilation. Les huiles essentielles sont généralement bien acceptées en diffusion aérienne et les réactions allergiques sont considérablement réduites par rapport à l'utilisation de parfums et autres préparations conventionnelles de nature synthétique. <sup>(17)</sup>.

Ces extraits de végétaux odorants sont l'objet de nombreuses recherches scientifiques dans le domaine médical et ils ont démontré leur efficacité pour le traitement de nombreuses pathologies. Contrairement à la grande majorité des agents antimicrobiens utilisés pour la désinfection de l'air, ces substances ne sont pas ou sont peu toxiques <sup>(17)</sup>.

Une étude anglaise récente à été menée par « Sabrina Higgins et Lindsey Gaunt, 2004 » <sup>(24)</sup>, sur l'activité bactéricide de bougies aux huiles essentielles. Ces docteurs ont mis en évidence que l'addition d'huiles essentielles dans les bougies conduit à la mort de bactéries telles que « *Escherichia Coli* » ou le « *staphylocoque doré* ». Selon elles, l'effet observé

provient de l'interaction entre les vapeurs de ces huiles essentielles (orange, thym ou eucalyptus) et les ions électriques produits par la flamme de la bougie. De façon intéressante, ces deux chercheurs ont également mis en évidence que dans un lieu où il ne serait pas prudent d'avoir une flamme nue, le même effet bactéricide peut être obtenu par l'utilisation de prises électriques combinant les ions produits par la charge électrique et les huiles essentielles. Elles estiment que l'effet obtenu pourrait être aussi efficace que des désinfectants liquides, éliminant près de 100% des bactéries.

### **I-1.10. Mélange des huiles essentielles**

Les effets antimicrobiens des associations d'huiles essentielles, comme pour les associations d'antibiotiques, sont définies selon quatre interactions possibles <sup>(7. 17)</sup>:

- ✓ **Indifférence** : activité indépendante de la présence d'une autre huile ;
- ✓ **Additionnel** : effet égal à la somme des effets de chaque huiles ;
- ✓ **Antagonisme** : l'association diminue l'activité de l'une ou l'autre des huiles ;
- ✓ **Synergie** : effet significativement supérieur à la somme de chaque l'huile.

Les connaissances des effets de ces mélanges sont, à l'heure actuelle, toujours empiriques et on peut imaginer qu'il pourrait exister un risque pour la santé si des personnes prennent l'initiative d'utiliser des mélanges d'huiles dont les effets ne sont pas compatibles <sup>(7)</sup>.

### **I-1.11. Conservation des huiles essentielles**

Les flacons sont en verre coloré ou en aluminium et sont bien fermés par un bouchon étanche ne permettant pas l'évaporation. Les huiles se conservent entre 5 et 35 °C, à l'abri de la lumière. En respectant ces conditions, les huiles essentielles se conservent environ 5 ans, sauf les essences de citrus qui se conservent 3 ans <sup>(3)</sup>.



# *Chapitre I-2*

*Procédés d'extraction*

### **I-2.1. Introduction**

Les huiles essentielles et les arômes extraits à partir des plantes aromatiques et des épices sont le résultat d'un mélange complexe de substances volatiles. Ils sont généralement présents à de très faibles concentrations dans les plantes à parfum. Avant de pouvoir utiliser ou analyser de telles substances, il est nécessaire de les extraire de leur matrice. Plusieurs méthodes d'extraction ont été mises au point telles que l'hydrodistillation, l'entraînement à la vapeur d'eau, et l'extraction par solvant volatil. Cependant, les composés volatils sont connus comme étant thermosensibles et vulnérables aux réactions chimiques. La perte de certains constituants, la dégradation de certains composés insaturés par effet thermique ou par hydrolyse, ainsi que la présence de résidus de solvants organiques plus ou moins toxiques peuvent être engendrés par ces techniques d'extraction.

Ces inconvénients ont attiré l'attention de plusieurs laboratoires de recherche et ont permis la mise au point de nouvelles techniques d'extraction des huiles essentielles et d'arômes beaucoup plus écologiques, utilisant des solvants moins toxiques, et avec des quantités réduites. Parmi ces nouvelles techniques figurent : l'extraction par fluide supercritique, la détente instantanée contrôlée, et l'extraction assistée par micro-ondes.

Dans ce chapitre, nous rappelons, dans un premier temps, les principales techniques d'extraction conventionnelles des huiles essentielles et des extraits aromatiques actuellement utilisées.

Dans un deuxième temps, nous décrivons les différentes nouvelles techniques d'extraction, et nous abordons en particulier les mécanismes d'extraction assistée par micro-ondes.

## I-2.2. Les techniques d'extraction des huiles essentielles :

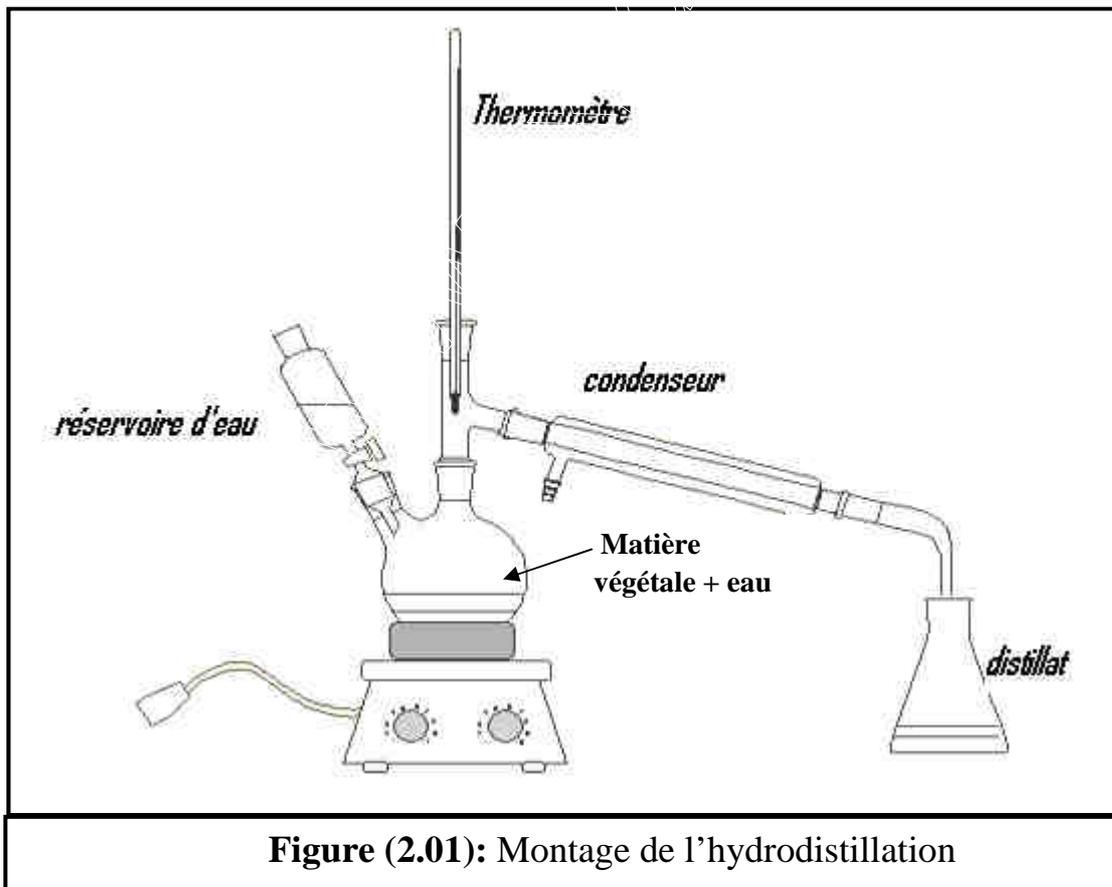
### I-2.2.i. Les techniques conventionnelles d'extraction :

#### i.a. Hydrodistillation (HD)

L'hydrodistillation proprement dite, est la méthode normée pour l'extraction d'une huile essentielle <sup>(21)</sup>, ainsi que pour le contrôle de qualité <sup>(22)</sup>.

Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau (figure 2.01). L'ensemble est ensuite porté à l'ébullition généralement à pression atmosphérique. La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales <sup>(1)</sup>.

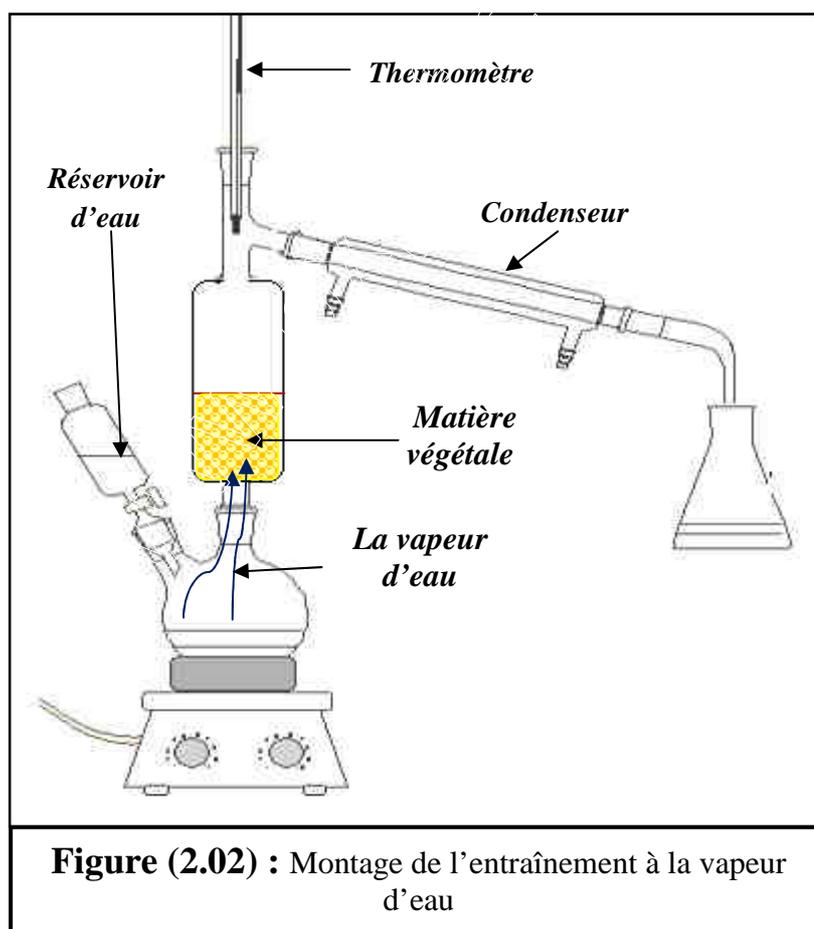
Les imperfections principales de cette opération résident dans sa lenteur (liée à la difficulté de diffusion), la quantité d'énergie importante qu'elle nécessite, sa nature non quantitative, l'impossibilité de son automatiser, et le risque de pertes de composés thermolabiles <sup>(23)</sup>.



**i.b Entraînement à la vapeur d'eau (EV)**

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes les plus répandues pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter (figure 2.02). De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ». L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile.

Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle <sup>(1)</sup>.



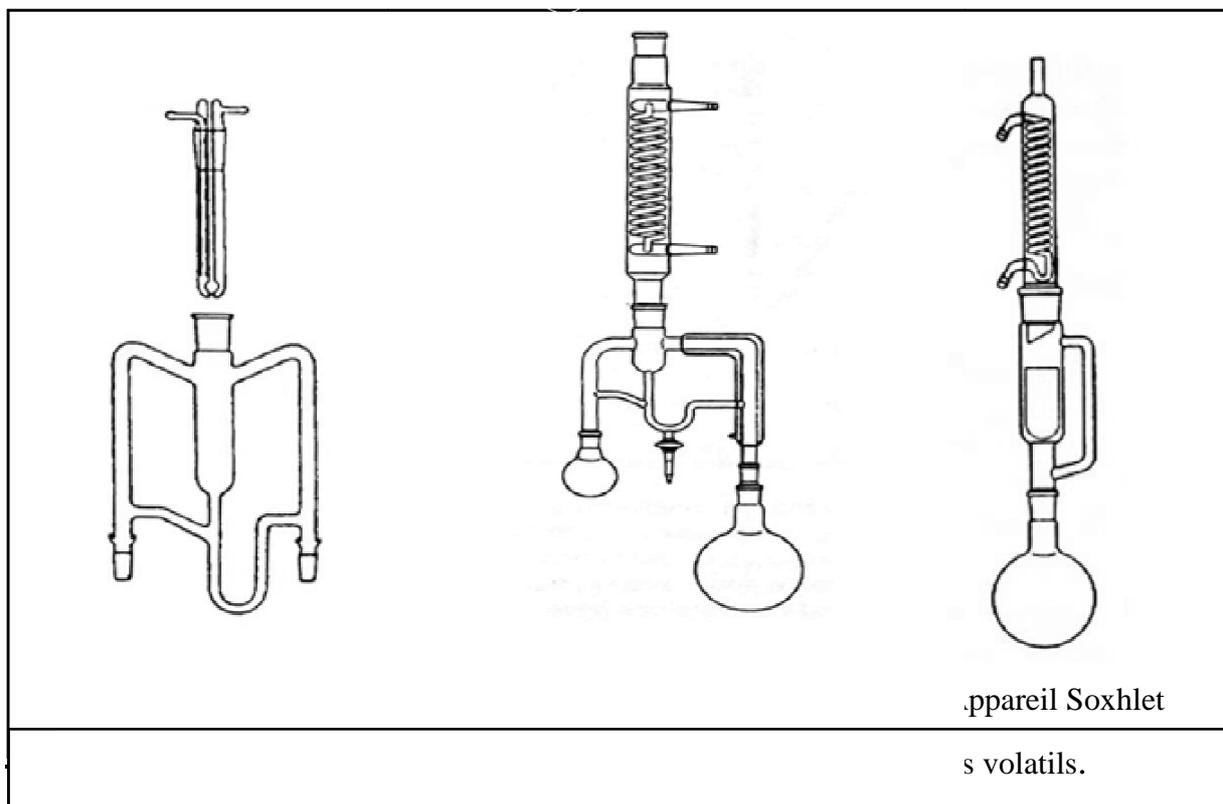
### i.c. L'extraction par solvants volatils

La technique d'extraction classique par solvant, consiste à placer dans un extracteur, un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique. Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ».

Cependant, depuis quelques décennies, l'extraction par solvant a connu d'intéressantes améliorations, l'hydrodistillation-extraction simultanée et l'extraction par Soxhlet en sont les principales. (Figure 2.03) :

*L'hydrodistillation-extraction simultanée* : L'originalité et le principe de cette technique résident dans le contact de la vapeur d'eau chargée de molécules aromatiques provenant de l'hydrodistillation et des vapeurs de solvant, entraînant l'extraction des composés aromatiques de la phase aqueuse vers la phase organique. Le passage des deux phases dans la partie réfrigérante va permettre la condensation et la séparation des deux phases dans la partie en U de l'appareil <sup>(1)</sup>.

*L'extraction par l'appareil de Soxhlet* : consiste à faire passer à travers la matière à traiter contenue dans une cartouche de cellulose, un flux descendant de solvant frais condensé à partir d'un ballon à distiller. Quand le liquide atteint le niveau de débordement, un siphon aspire la solution de la cartouche et la décharge de nouveau dans le ballon à distiller <sup>(62)</sup>. Cette technique d'extraction a été récemment combinée aux micro-ondes et aux ultra-sons <sup>(1)</sup>.



- **Avantages de l'extraction par solvants volatils**

- ✓ Évite l'action hydrolysant de l'eau ou de la vapeur d'eau <sup>(1)</sup> ;
- ✓ Elle permet de récupérer non seulement les matières organiques volatiles, mais aussi des matières sapides non volatiles (composés piquants et brûlants du poivre, du gingembre ou du piment) ainsi que certains colorants lipidiques, triglycérides et résines. C'est donc un extrait beaucoup plus complet <sup>(25)</sup>.

- **Inconvénients de l'extraction par solvants volatils**

- ✓ Peut entraîner des risques d'artéfacts ;
- ✓ possibilités de contamination de l'échantillon par des impuretés parfois difficiles à éliminer.

### **I.2.2.ii. Les nouvelles techniques d'extraction :**

Les technologies traditionnelles d'extraction solide-liquide et d'entraînement à la vapeur, dont certaines sont séculaires, ont certes démontré leur efficacité mais aussi leurs limites en termes de productivité, de rentabilité et de qualité des extraits. La nécessité de dépasser ces limites a favorisé l'émergence de technologies nouvelles, dont font partie les procédés d'extraction assistée par micro-ondes <sup>(23)</sup>.

#### **ii.a. Extraction par fluide supercritique (EFSC)**

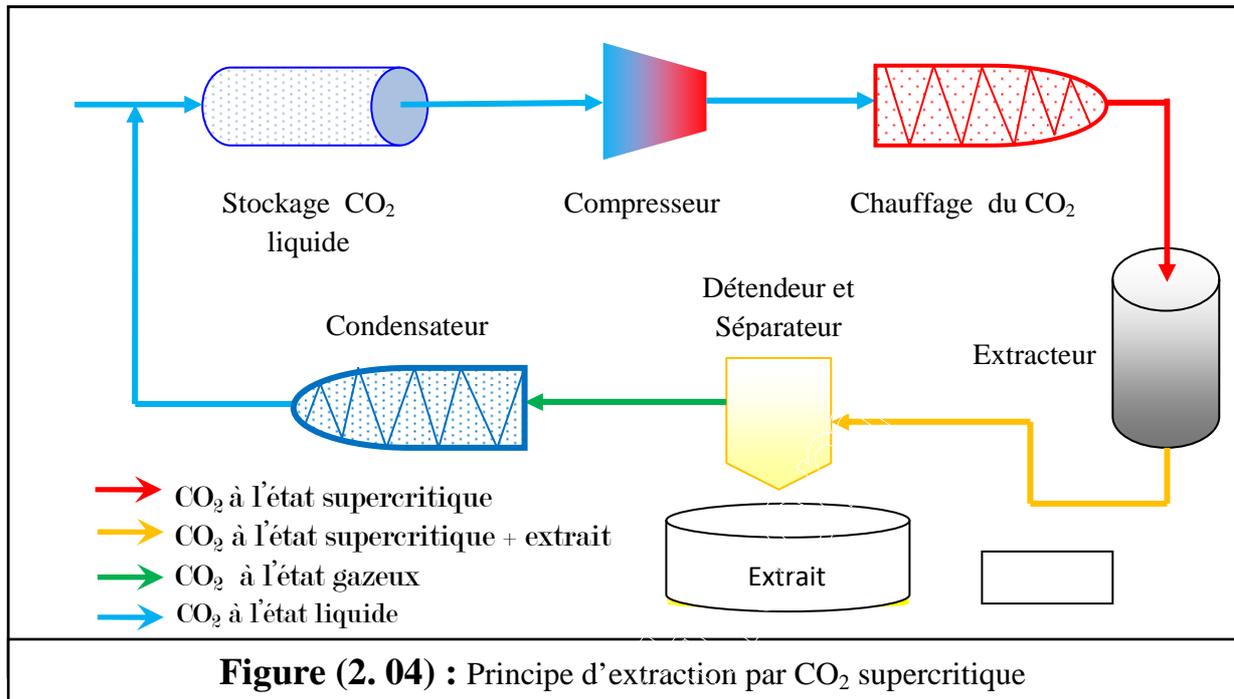
Lorsqu'un fluide est placé dans des conditions de température et de pression supérieure au point critique il entre dans un état dit supercritique. C'est un état qui n'existe pas dans la nature, il faut placer le fluide dans ces conditions de température et de pression pour qu'il apparaisse.

Les fluides supercritiques ont des propriétés différentes de celles d'un gaz ou d'un liquide mais qui sont comprises entre les deux. Ils ont une viscosité proche de celle d'un gaz, une densité proche de celle du liquide avec un pouvoir de diffusivité très élevé par rapport au fluide liquide. Ce qui facilite leur pénétration dans des milieux poreux. Le fluide supercritique possède plusieurs avantages par rapport aux différents états de ce fluide <sup>(30)</sup>:

- ✓ Un grand coefficient de diffusivité et un faible coefficient de viscosité ;
- ✓ Absence de tension de surface, ce qui augmente le pouvoir de pénétration du fluide supercritique.

Grâce à sa faible température critique ( $T_c = 31^\circ \text{C}$ ), le  $\text{CO}_2$  se place en tête des fluides supercritiques industriels. Le  $\text{CO}_2$  supercritique présente de nombreuses propriétés qui en font un solvant de choix <sup>(30)</sup>:

- ✓ Pas de solvant résiduel à la fin du traitement;
- ✓ Chimiquement inerte, pas de problèmes d'oxydation du produit ;
- ✓ Non inflammable et abondant.



### ii.b. Extraction par détente instantané contrôlé (DIC)

D'après Rezzoug et al.(1997),<sup>(23)</sup> l'extraction par DIC consiste en un traitement thermique de courte durée sous haute pression de vapeur d'eau (de 1 à 8 bar) et haute température (inférieure à 160°C) suivie d'une détente brutale et très rapide vers le vide (pression de 50 mbar). Ce passage provoque une forte baisse de pression au voisinage du produit. La température élevée du produit et la faible pression relative en vapeur d'eau proche de la pression du vide impliquent une autovaporisation de l'eau du produit et de ses molécules volatiles.

### ii.c. Extraction assistée par micro-ondes

Les rayonnements micro-ondes sont des ondes électromagnétiques qui se propagent dans le vide à la vitesse de la lumière, composées d'un champ électrique et d'un champ magnétique. Elles sont caractérisées par une fréquence comprise entre 300 MHz et 30 GHz.

Dans le spectre électromagnétique les micro-ondes se situent dans les hyperfréquences, entre les ondes radios et l'infrarouge (Annexe). La fréquence de 2.45 GHz ( $\lambda = 12,2$  cm) est généralement la plus utilisée pour les applications industrielles afin d'éviter le risque d'interférence avec les radiocommunications et les radars <sup>(69)</sup>.

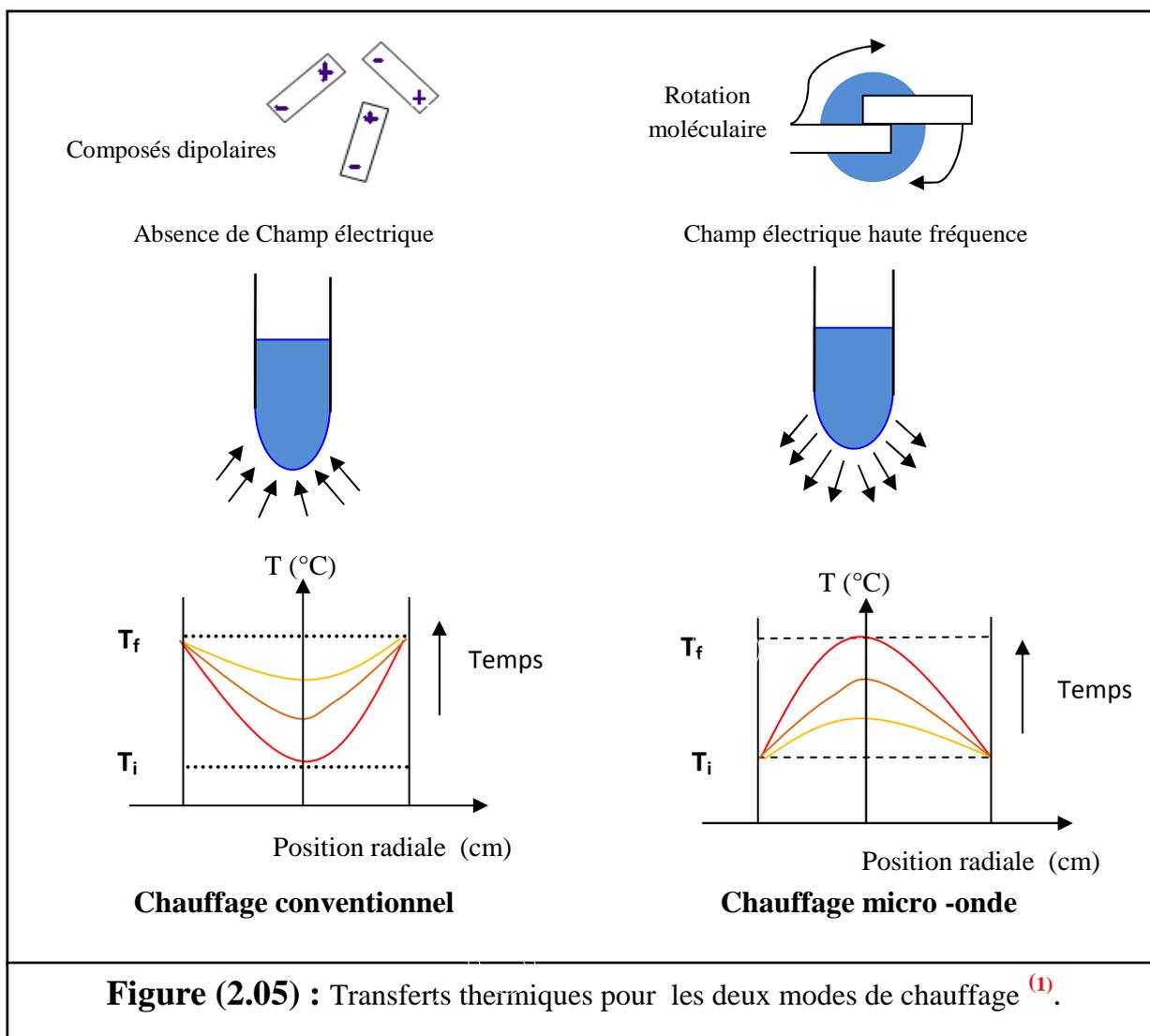
La fréquence de 915MHz fait en France l'objet de quelques applications de tempérage et de décongélation dans l'industrie agroalimentaire. L'utilisation de cette fréquence nécessite une dérogation accordée par arrêté préfectorale <sup>(68)</sup>.

Cette technique d'extraction a été utilisée dans notre étude. C'est pourquoi nous détaillons son principe dans ce qui suit.

### **I-2.3. Principe du chauffage micro-ondes**

Le transfert de chaleur sous chauffage micro-ondes est complètement inversé par rapport au chauffage conventionnel. Le transfert de chaleur classique se transmet de l'extérieur vers l'intérieur du récipient. Sous chauffage micro-ondes, le volume traité devient lui même source de chaleur. On parle de dégagement de la chaleur de l'intérieur vers l'extérieur du récipient. La paroi externe du réacteur est plus froide que le cœur du réacteur dans le cas du chauffage micro-ondes, et inversement pour le cas du chauffage conventionnel par double enveloppe, plaque chauffante et flamme. C'est un mode de chauffage instantané en volume et non en surface <sup>(1)</sup>.

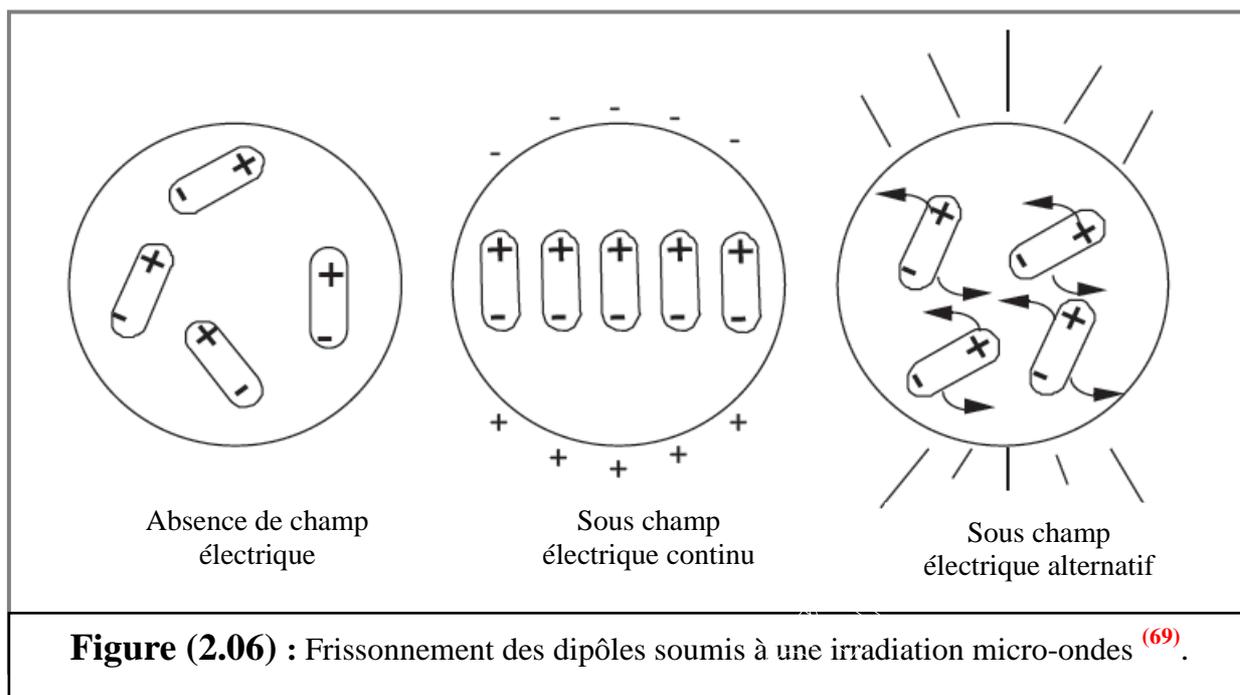
La figure (2.05) illustre les deux modes de chauffage



#### I-2.4. Les interactions ondes - matière

Le mécanisme du chauffage diélectrique repose sur le fait que les molécules polaires, ont des extrémités négatives et positives : ce sont des dipôles. En l'absence de champ électrique, les dipôles d'un milieu diélectrique se trouvent orientés au hasard sous l'effet de l'agitation thermique du milieu <sup>(1)</sup>. Sous l'effet d'un champ électrique continu, les molécules cherchent à s'aligner sur le champ électrique de l'onde. Ce champ étant alternatif (2450 MHz), la molécule cherchera à tourner à la même fréquence afin de rester aligné sur le champ. On parle de couplage entre la molécule et le champ <sup>(75)</sup>.

Si la molécule se trouve dans un milieu condensé, elle sera en interaction avec ses voisines et ne pourra donc pas tourner sans entraves. Le frottement engendré par la rotation de toutes ces molécules cherchant à s'aligner sur le champ électrique va générer de la chaleur. Ce phénomène est aussi appelé perte par relaxation diélectrique.



**Figure (2.06) :** Frissonnement des dipôles soumis à une irradiation micro-ondes <sup>(69)</sup>.

Dans les produits alimentaires c'est majoritairement la molécule d'eau qui est concernée par ce phénomène, mais de nombreuses molécules polaires absorbent également les microondes (alcool, sucres, acides aminés...). Il doit être souligné en outre, que dans le cas d'aliments riches en ions, à la perte par relaxation diélectrique s'ajoute une perte par effet joule due à l'oscillation des charges <sup>(75)</sup>.

### I-2.5. Propriétés diélectriques d'un matériau

Certains matériaux diélectriques vont être sensibles aux micro-ondes, d'autres ne le sont pas. Pour la mise en œuvre d'un tel mode de transformation dans un procédé de chauffage de la matière, il est donc important d'identifier et de connaître les facteurs qui permettent de caractériser le comportement du produit vis à vis des micro-ondes.

Le facteur de pertes «  $\epsilon''$  », est le terme d'absorption du matériau qui correspond aux pertes diélectriques dans le matériau, c'est-à-dire à sa capacité à dégrader l'énergie électromagnétique en chaleur <sup>(71)</sup>. Donc, il s'agit d'un déphasage entre les variations du champ et la rotation du dipôle. Ce déphasage est appelé angle de polarité.

En première approche, deux phénomènes jouent un rôle dans le chauffage par l'effet diélectrique d'un matériau: la polarisation et l'échauffement entre les molécules polarisées (la friction).

L'ensemble de ces éléments est contenu dans la définition du facteur de perte  $\varepsilon''$  <sup>(72)</sup>.

$$\varepsilon'' = \varepsilon' \cdot \tan \varphi$$

✓ La permittivité relative «  $\varepsilon'$  », ou constante diélectrique, traduit la capacité d'un matériau à être polarisé par un champ électrique externe <sup>(71)</sup>, autrement dit à s'orienter dans le sens du champ électrique <sup>(68)</sup>.

✓ La friction se manifeste par le léger retard pris par les matériaux polarisés pour s'orienter après l'application du champ électrique.

Lorsqu'une onde électromagnétique rencontre un matériau, une partie de cette onde est réfléchiée à la surface, l'autre, généralement plus importante y pénètre. L'énergie de cette onde est transformée en énergie thermique et diminue au fur et à mesure que l'onde pénètre dans le matériau. La profondeur de pénétration est donc un paramètre fondamental à considérer pour le développement du chauffage par micro-ondes, car il nous donne une idée sur le rapport des dimensions géométriques d'un matériau avec la longueur d'onde dans le milieu <sup>(69)</sup>.

Ainsi, un matériau peu sensible aux micro-ondes aura une profondeur de pénétration « d » élevée, alors que pour un produit absorbant, la profondeur de pénétration sera faible (par exemple, à 25°C, pour une fréquence de 2450 MHz, « d » pour l'eau est de 3,4 cm, pour l'éthylène glycol, « d » a une valeur de 1,3 cm). Notons aussi que la valeur de ce paramètre va évoluer en fonction de la température par l'intermédiaire des caractéristiques diélectriques. Ainsi, pour l'eau, la profondeur de pénétration augmente de 2,7 cm à 15°C à 14 cm à 95°C.

### I-2.6. Technologie du four à micro-ondes

Un four à micro-ondes est constitué de trois éléments principaux figure (2.07) :

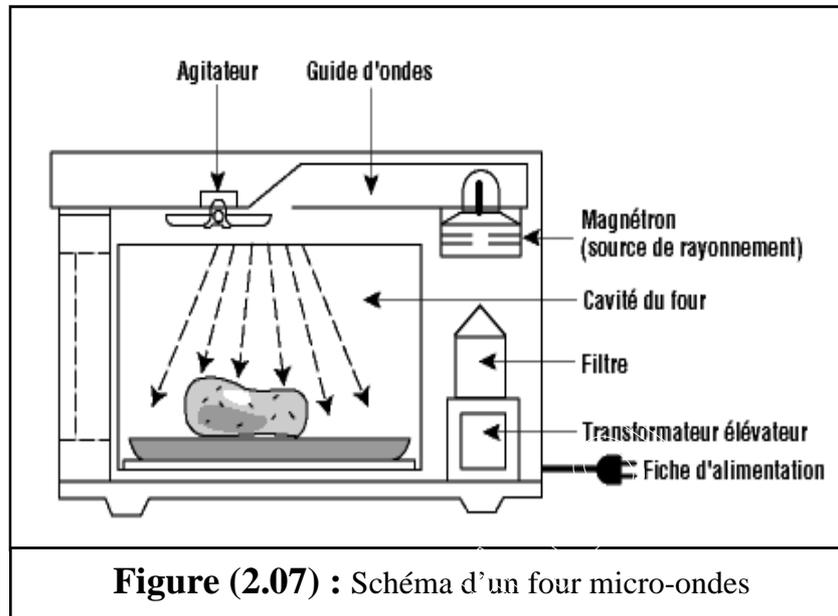
- ✓ Le magnétron (générateurs)
- ✓ Le guide d'onde
- ✓ La cavité micro-ondes

**Le magnétron** est une source de rayonnement dans le four à micro-ondes. C'est un tube qui, essentiellement, convertit le courant électrique du secteur en rayonnement électromagnétique. La haute tension (habituellement de 3 000 à 4 000 V) qui alimente le magnétron est produite par un transformateur-redresseur élévateur et un filtre qui convertit la tension de 120 V c.a. (courant alternatif ou tension de secteur) en une tension de 4 kV c.c. (courant continu) <sup>(32)</sup>.

**Le guide d'onde** est un tuyau métallique dans lequel les ondes progressent à l'intérieur par réflexion sur les parois <sup>(1)</sup>.

L'**applicateur** est une cavité fermée qui doit assurer le transfert au matériau à traiter de l'énergie électromagnétique provenant du magnétron <sup>(1)</sup>.

Un agitateur distribue l'énergie des micro-ondes plus ou moins uniformément dans tout le four <sup>(35)</sup>.



**Figure (2.07) :** Schéma d'un four micro-ondes

## I-2.7. Les procédés d'extraction assistée par micro-ondes

### 1. Extraction par solvant assistée par micro-ondes (ESAM)

L'extraction par solvant assistée par micro-ondes (ESAM) consiste à traiter sous micro-ondes un solide, sec ou humide, en contact avec un solvant partiellement ou totalement transparent aux micro-ondes (figure 2.08) <sup>(1)</sup>.

Selon les caractéristiques diélectriques respectives du solvant et de la charge, deux cas extrêmes sont à considérer <sup>(23)</sup> :

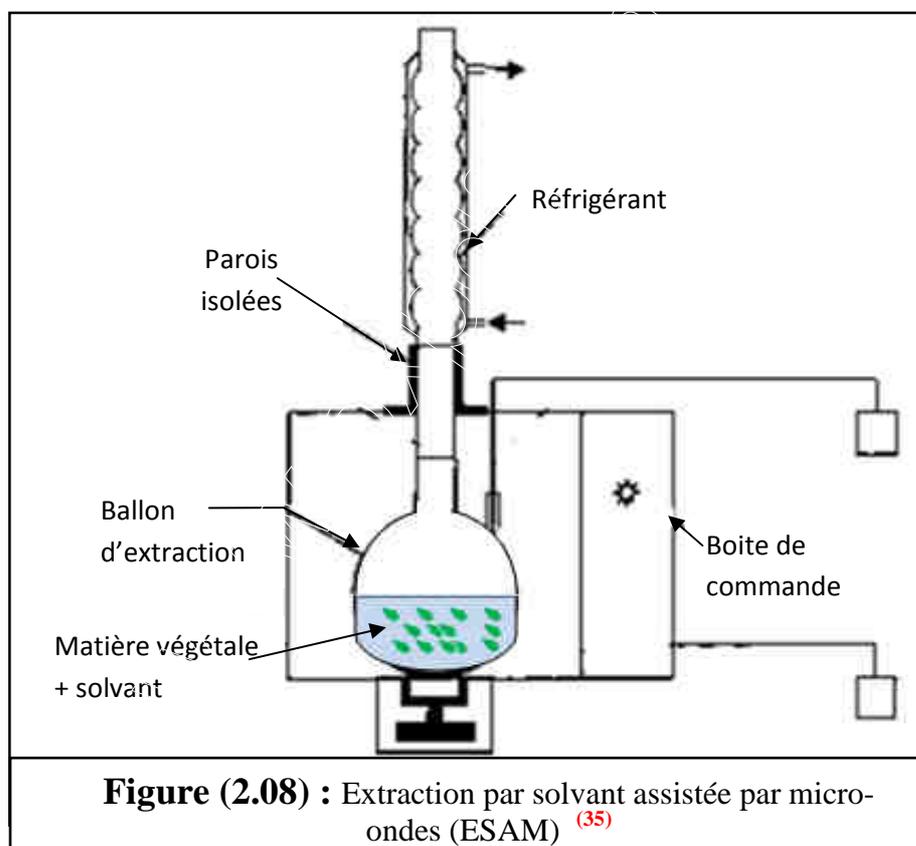
- ✓ Le solvant absorbe la totalité de l'énergie micro-ondes ;
- ✓ Le solvant est transparent aux micro-ondes et le solide absorbe la totalité de l'énergie microondes.

Dans le cas d'un solvant absorbant la totalité de l'énergie micro-ondes, le transfert de chaleur dans la matrice solide s'effectue par conduction à partir du solvant. Le gradient de température dans le solide s'établit avec la température la plus basse au cœur de celui-ci.

Le mécanisme de l'extraction assistée par micro-ondes n'est donc pas fondamentalement différent de celui de l'extraction solide-liquide traditionnelle. Cependant, les micro-ondes présentent l'intérêt d'être une source d'énergie contrôlable de façon instantanée et réglable avec précision.

Le deuxième cas de figure est celui d'un solide placé dans un solvant n'absorbant pas les micro-ondes (hexane). Le produit solide, s'il possède un facteur de pertes élevé, va absorber la totalité de l'énergie micro-ondes et s'échauffer très rapidement. Le solvant n'est chauffé que par les pertes thermiques issues de la surface du solide.

L'élévation brutale de la température à l'intérieur des structures cellulaires riches en eau provoque une augmentation de la pression interne des cellules, conduisant à leur dislocation et au largage de leur contenu dans le milieu d'extraction. Dans le cas de matières premières à faible teneur en eau, ce sont les constituants polarisables du solide qui vont s'échauffer sous l'action des micro-ondes. Un gradient thermique inversé va s'établir dans le produit, avec la température la plus élevée au cœur de celui-ci. Il est admis que sous l'effet de ce gradient thermique inversé, la vitesse de diffusion des solutés est augmentée <sup>(77)</sup>.



Les résultats obtenus ont montré que le procédé ESAM est avantageux par rapport aux autres méthodes conventionnelles d'un point de vue <sup>(69)</sup> :

- ✓ Cinétique : un temps d'extraction plus court
- ✓ Economique : comme le temps d'extraction est réduit, le procédé est plus économique en énergie et par la suite en coût
- ✓ Environnemental : la diminution de la consommation de solvant d'un facteur 2 à 5

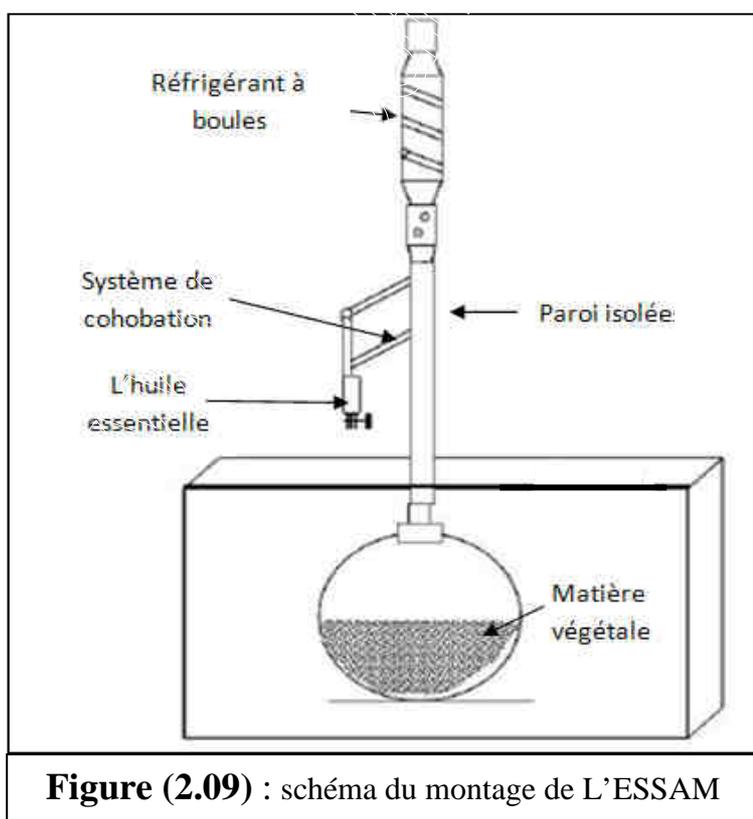
## 2. Hydrodistillation assistée par micro-ondes

Ce procédé basé entièrement sur le principe de l'hydrodistillation classique consiste à placer une partie du montage d'hydrodistillation dans le four à micro-ondes. Le matériel végétal est donc placé en présence d'une quantité d'eau suffisante dans un ballon disposé dans l'enceinte du four à micro-ondes. Le système de réfrigération ainsi que la partie prévue pour la récupération des essences sont situés à l'extérieur du four <sup>(33)</sup>.

## 3. Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes (ESSAM)

En 2004, une méthode originale d'extraction des produits naturels assistée par micro-ondes sans solvant et sans eau à pression atmosphérique a été développée et brevetée <sup>(33)</sup>.

Basé sur un principe relativement simple, cette méthode décrit une distillation sèche assistée par micro-ondes qui consiste à placer le matériel végétal dans un réacteur micro-ondes sans ajouter ni eau ni solvant organique (figure 2.09). Le chauffage de l'eau interne de la plante permet la rupture des glandes contenant l'huile essentielle. Cette étape libère l'huile essentielle qui est ensuite entraînée par la vapeur d'eau produite à partir de l'eau de la matière végétale <sup>(1)</sup>.



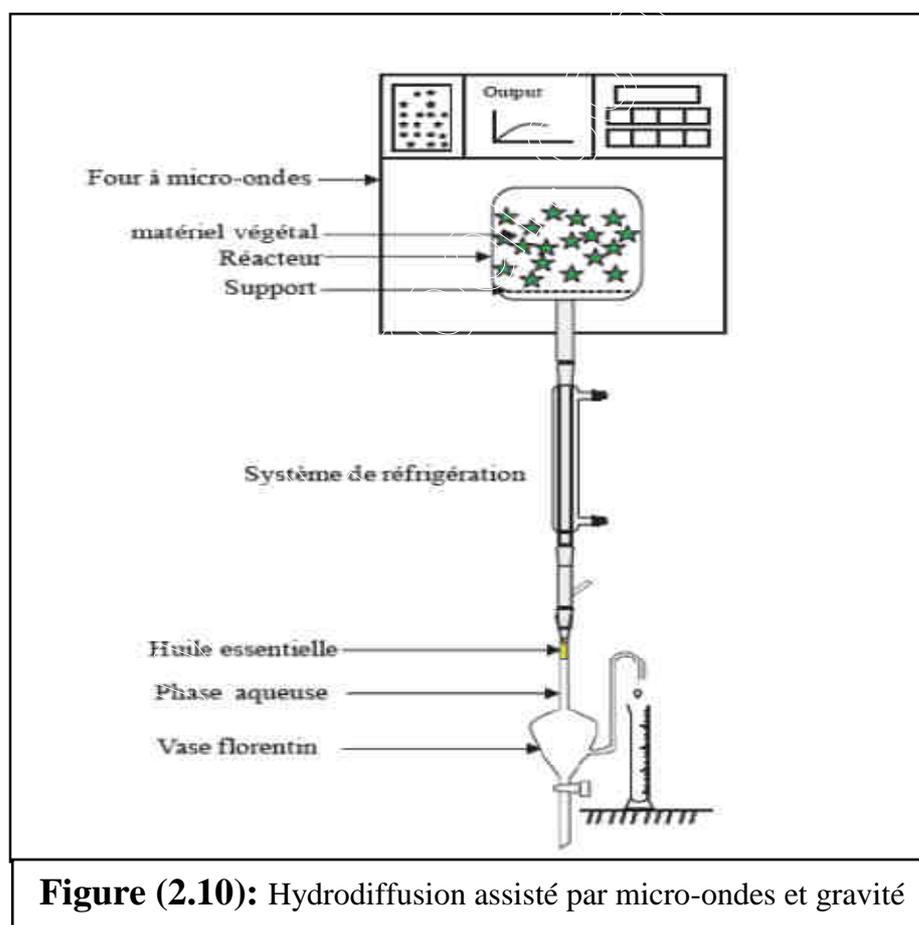
**Figure (2.09) :** schéma du montage de L'ESSAM

L'Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes, a été appliquée à deux types de plantes, les épices et les herbes aromatiques. Pour les plantes aromatiques, les rendements en huiles essentielles obtenus par ESSAM après seulement 30 minutes d'extraction sont identiques à ceux obtenus après 6 heures d'hydrodistillation <sup>(33)</sup>.

#### 4. Hydrodiffusion assisté par micro-ondes et gravité

L'hydrodiffusion assistée par micro-ondes et gravité a été brevetée par Chemat *et coll*, en 2008. Ce procédé a été conçu pour l'extraction des huiles essentielles de différentes matrices végétales par hydrodiffusion via un rayonnement micro-onde sous pression atmosphérique (figure 2.10). Cette technique consiste à placer le matériel végétal dans un réacteur à l'intérieur du four à micro-ondes, sans ajouter ni eau ni solvant organique. L'énergie des micro-ondes provoquent un échauffement de l'eau contenue dans la matière végétale ce qui permet la destruction des cellules contenant l'huile essentielle. Les huiles essentielles ainsi que l'eau interne du matériel végétal sont libérées et transférées de l'intérieur de la plante vers l'extérieur

(69)



#### I-2.8. Les micro-ondes et l'environnement

Le procédé d'extraction assisté par micro-ondes (MAP) est une technologie de développement durable, breveté par Environnement Canada. Elle utilise des micro-ondes et des solvants relativement transparents aux micro-ondes ou, parfois, pas de solvant du tout, pour extraire les composantes de diverses matrices (36).

**Avantages :**

- **Environnementaux**

Mondialement, on estime à 100 000 000 de litres la quantité de solvant utilisée annuellement par les laboratoires d'analyse organique. Cela crée un problème important de gestion des déchets. L'utilisation du MAP pour la préparation d'échantillons réduit la consommation de solvant par un facteur d'au moins 10. De plus, l'extraction conventionnelle peut requérir jusqu'à 36 heures, alors que MAP se fait en quelques minutes, réduisant ainsi la consommation d'énergie <sup>(36)</sup>.

- **Économiques**

Les résultats économiques sont reflétés dans la réduction de la consommation d'énergie, une diminution des coûts de solvants chimiques, l'emploi de solvants moins toxiques et ainsi une plus petite quantité de déchets créés dont on doit se départir.

- **Sociaux**

Cette technologie contribuera à un bien-être plus grand. La combinaison des facteurs « plus petits volumes » et « solvants moins toxiques » fait en sorte que le risque résultant de l'exposition à ces produits est diminué pour le personnel de production et réduit également le risque associé aux résidus de produits toxiques dans les aliments par exemple <sup>(36)</sup>.

### I-2.9. Etude comparative des principaux procédés d'extraction

Dans ce paragraphe, nous allons mener une approche comparative des procédés d'extraction des huiles essentielles les plus étudiés à savoir les procédés conventionnels comme l'hydrodistillation, l'extraction aux solvants organiques, les nouvelles technologies comme l'extraction au CO<sub>2</sub> supercritique et l'extraction assistée par micro-ondes <sup>(37, 23)</sup>.

<b>Tableau (2.01) : Comparaison entre les techniques nouvelles et conventionnelles pour l'extraction d'huiles essentielles <sup>(37)</sup>.</b>		
<b>Aspect</b>	<b>Techniques conventionnelles</b>	<b>Techniques nouvelles</b>
<b>Durée d'extraction</b>	Longue	rapide
<b>Efficacité</b>	Bonne	Mauvaise <i>a</i> / meilleure <i>b</i>
<b>Faisabilité pour l'automatisation</b>	Non	Oui
<b>Condition d'extraction</b>	Drastique	Plus doux
<b>sélectivité</b>	Non	Non
<b>Coût</b>	moyen	Moyen <i>b</i> /faible <i>a</i>

*a* =MEA ; *b*= fluide supercritique

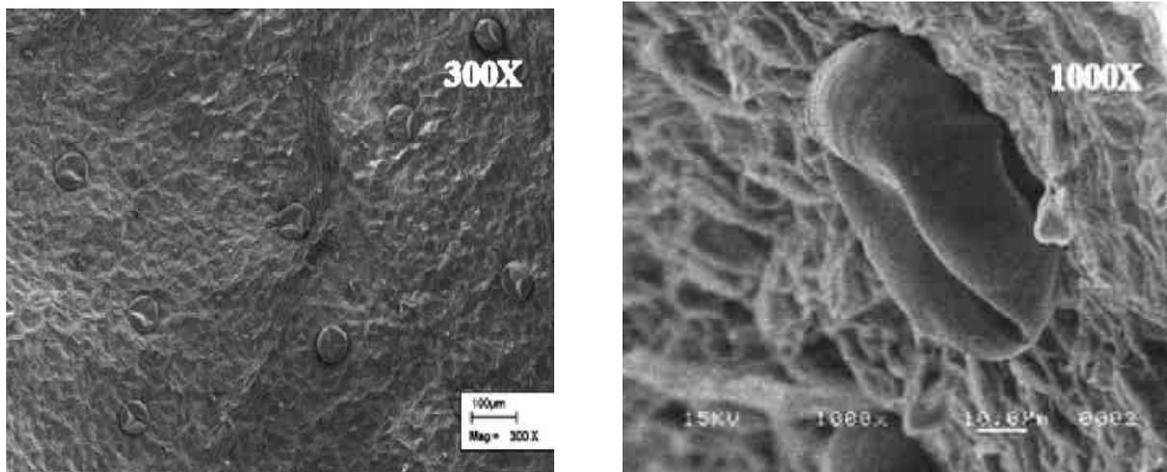
### I-2.9.1. Comparaison des surfaces foliaires observées par Microscopie Electronique à Balayage avant et après extraction

Pour une meilleure compréhension des phénomènes d'extraction par ESSAM et hydrodistillation, plusieurs photographies par microscopie électronique à balayage ont été réalisées.

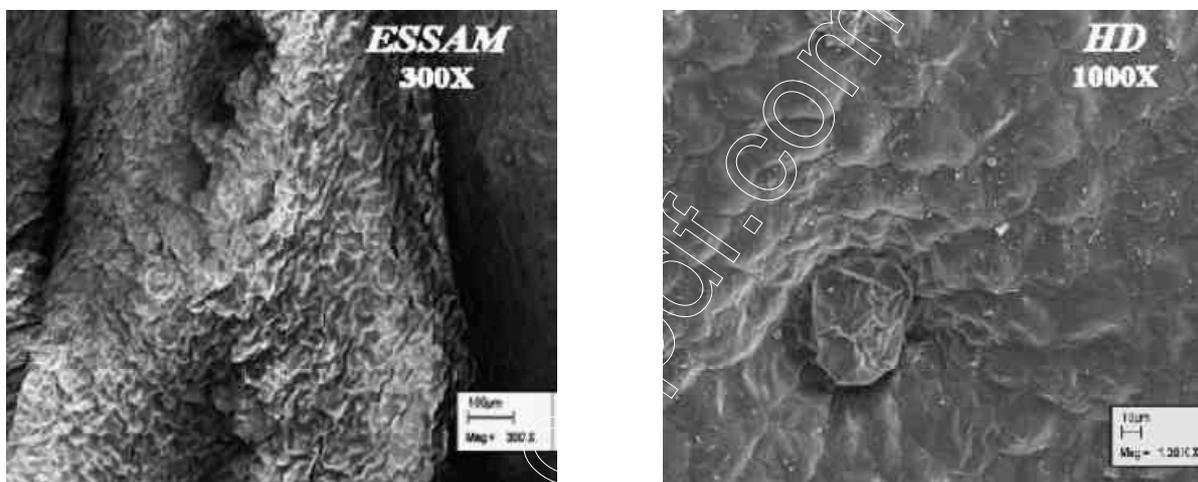
Les résultats obtenus par Chemat et Lucchesi <sup>(1)</sup>, lors de l'étude de l'extraction sans solvant assistée par micro-ondes des feuilles de la menthe des jardins montrent que les méthodes d'extractions utilisées produisent des changements distincts sur les surfaces foliaires de la menthe des jardins (figure 2.11). Elle montre des cellules ainsi qu'une surface de feuillage très endommagées en raison de l'explosion produite au niveau de la paroi cellulaire, conséquence de l'augmentation soudaine de la température expliquée par Pare et Belanger <sup>(34, 77)</sup>. Ces dommages sont générés par des points chauds produits à l'interface des parois lors de l'irradiation par micro-ondes. En effet, quand les glandes sont sujettes à un stress thermique très sévère et à de hautes pressions localisées induites par un chauffage spécifique de type micro-ondes, la pression interne dans les glandes peut excéder leur capacité d'expansion extrême. En conséquence, une rupture plus rapide survient par rapport à celle réalisée par macération ou par chauffage traditionnel.

Le mécanisme d'extraction souligné par Chen et Spiro <sup>(1)</sup>, propose la présence de deux mécanismes d'extraction distincts.

- ✓ Le premier faisant intervenir la diffusion de l'huile essentielle à travers la paroi glandulaire qui peut survenir dans toutes les procédures.
- ✓ Le second est traduit par l'exsudation rapide de l'huile dans le milieu suivie de la rupture des parois glandulaires attribuée probablement à une implosion causée soit par le processus de déshydratation proposé par Chen et Spiro, soit par une explosion survenue au niveau des parois cellulaires sujettes à un stress thermique très sévère, avancée par Paré et Bélanger <sup>(34)</sup>.



a) Surface foliaire de la menthe des jardins non traitée à 300X et à 1000X



b) Surfaces foliaires de la menthe des jardins après ESSAM à 300X et après HD à 1000X

**Figure (2.11)** : Feuillage de la menthe des jardins observé au microscope électronique à balayage avant et après extraction (ESSAM et HD)<sup>(1)</sup>.

### I-2.10. Conclusion

Nous avons tenté au cours de ce chapitre de mettre en évidence les points forts et les points faibles des méthodes traditionnelles et des procédés plus récents d'obtention des extraits.

La possibilité de développement d'une technique d'extraction dépend de nos jours de ses avantages par rapport à ses concurrentes : efficacité d'extraction (qualité et quantité), durée de l'opération, coûts d'installations, coûts de fonctionnement (coût d'énergie, impact environnemental, entretien, degré d'automatisation, ...).

# *Chapitre I-3*

*Approche fondamentale du  
processus*

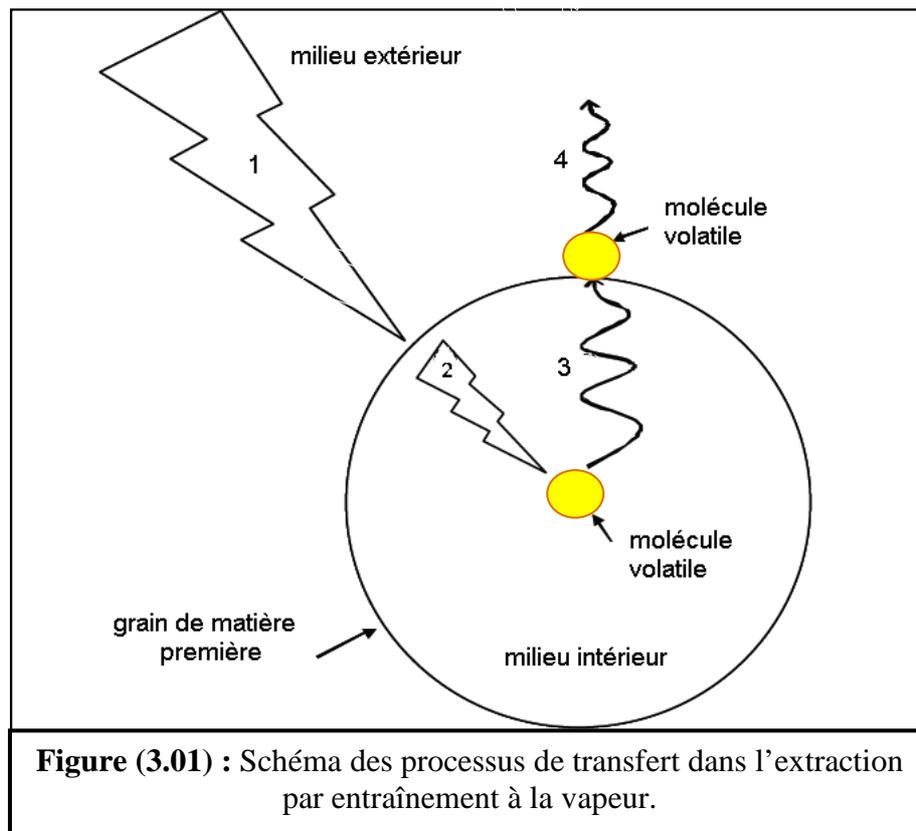
### I-3. Présentation générale du phénomène d'extraction

L'objectif que nous nous sommes fixé à partir de l'étude de la cinétique d'extraction par solvant est de types principalement comparatif. L'analyse de cette cinétique vise une compréhension fondamentale éventuellement simplifiée des phénomènes intervenant au cours des diverses étapes du procédé.

#### I-3.1. Mécanisme de l'extraction

Dans le cas des huiles essentielles, l'extraction s'effectue le plus souvent par entraînement à la vapeur. Ce procédé correspond donc à une interaction entre un solide, un liquide, un gaz et de la chaleur. Lors de cette opération, nous assistons systématiquement, à un moment ou un autre, à une transformation de phase : les molécules volatiles, initialement à l'état liquide, passent à l'état vapeur.

Quatre principaux processus interviennent successivement dans la réalisation de cette opération; elles sont schématisées de la façon suivante :



**Figure (3.01) :** Schéma des processus de transfert dans l'extraction par entraînement à la vapeur.

Dans la situation actuelle, nous avons opté pour la définition des opérations d'intensification du processus réellement limitant. Nous proposons ainsi d'analyser les principaux processus intervenant au cours de l'opération selon l'ordre suivant :

1. La mise en solution des extraits, uniformisation;
2. Le transfert par convection ou diffusion de l'extrait, de la surface de la matrice solide dans le milieu extérieur;
3. La diffusion d'une part, du solvant liquide au sein de la matrice végétale solide, puis des molécules extraites dans le solvant de l'intérieur vers la surface.

L'extraction, souvent étudiée au plan phénoménologique comme une opération unifiée, peut être analysée en termes de cinétique et de rendement total.

La cinétique de ces divers processus intervenant d'une façon successive évoluent différemment selon les conditions opératoires incluant la nature du solvant, la température à laquelle se déroule l'opération, les molécules à extraire, la structure de la matière solide, l'agitation et le type des ressources mécaniques et/ou thermiques (micro-ondes).

La cinétique est généralement exprimée en termes de concentration du soluté (extrait) dans le solide par unité de temps ( $dx/dt$ ).

La nature séquentielle de ces transformations fait que l'opération globale d'extraction est déterminée par le processus dont la vitesse est le plus lent, qualifiée alors du processus limitant du procédé.

Nous avons donc tenu à réaliser une approche globale spécifique permettant une estimation approximative de l'ordre de grandeur de la vitesse en vue d'identifier l'impact des phénomènes ayant ainsi lieu et de déterminer le processus limitant.

#### **I-3.1.1. la mise en solution des solutés**

D'après Schwartzberg et Chao <sup>(62)</sup>, la mise en solution est une opération qui, en visant l'équilibre thermodynamique en terme de concentration, permet de dissoudre dans le solvant un ou plusieurs composés du tissu végétal.

Dans l'opération d'extraction, la mise en solution des molécules à extraire peut facilement être processus limitant ; il suffirait d'avoir choisi un mauvais solvant et une mauvaise température de l'opération. Dans une telle situation caractérisée par une très faible solubilisation du soluté dans le solvant liquide, le solvant entrerait relativement aisément dans la matrice solide, le gradient de concentration en soluté dans la matrice solide et dans le milieu

extérieur finirait par tendre vers zéro et le processus d'extraction serait donc complètement gouverné par la solubilisation du soluté dans le solvant <sup>(62)</sup>.

L'intensification d'une telle situation consiste à réaliser un choix convenable tout autant du solvant que de la température de l'opération ; cette dernière devrait souvent être la plus élevée possible tout en étant en dessous de la température d'ébullition et du domaine de dégradation des molécules à extraire. Le choix du solvant et de la température de l'extraction est généralement effectué en vue d'aboutir à une bonne mise en solution, en termes de cinétique et de quantité dissoute ; il est généralement réalisé en fonction des solutés visés et de la nature de la plante <sup>(69)</sup>.

Le processus de solubilisation du principe actif recherché n'est généralement pas limitant, bien au contraire, il pourra souvent être pratiquement considéré en tant que processus très rapide <sup>(62)</sup>.

### **I-3.1.2. Transfert de l'extrait de la surface de la matière végétale vers l'extérieur**

Dans le milieu extérieur, le transfert du soluté peut tout autant avoir lieu par diffusion que par convection. En l'absence de tout phénomène d'agitation par exemple, il se peut que le processus limitant de l'opération d'extraction soit le transfert du soluté de la surface du solide loin vers le solvant extérieur. Dans une telle situation, le solvant est rapidement pénétré la matrice solide et dissout le soluté ; la concentration du soluté à l'intérieur du solide serait homogène. Là, l'opération d'extraction s'opérerait à la vitesse de la diffusion du soluté de la surface externe du solide loin dans le solvant environnant.

Pour pallier à ce problème et opérer une intensification adéquate, il faudrait modifier la nature du transfert du soluté dans le milieu extérieur pour qu'il ne soit plus de type diffusif mais plutôt convectif ; il suffit alors de réaliser une bonne agitation du milieu <sup>(62)</sup>, et dans ces conditions, on est assuré que ce passage ne constitue jamais une étape limitante <sup>(73)</sup>.

### **I-3.1.3. Les transferts par diffusion au sein de la matière végétale**

En effet, le transfert de masse peut généralement être effectué soit par convection, soit par diffusion. Lors de l'opération de diffusion, c'est le mouvement aléatoire des molécules qui assure le transfert avec, pour élément moteur, le gradient de la concentration.

Ces processus, ayant lieu au sein de la matrice solide, ne peuvent pas être intensifiés à travers une quelconque modification thermique ou mécanique externe <sup>(62)</sup>.

En effet, la microstructure naturelle des végétaux génère une mauvaise aptitude quant à la diffusion interne des liquides. Une relation étroite existe alors entre la vitesse d'extraction et la structure de la matière.

Les phénomènes diffusionnels interne et :

- ✓ La diffusion du solvant liquide dans la matrice solide ;
- ✓ La diffusion de l'extrait dissous dans le solvant, de la matrice solide vers la surface.

Ces deux processus diffusionnels sont généralement les étapes limitantes. Cependant, il n'est pas aisé de quantifier séparément les deux phénomènes, vu leur intervention simultanée et leur dépendance étroite vis-à-vis de la structure et de la température. Notons cependant que dans le cas d'une matrice solide immobile, la diffusivité du solvant dans la matrice solide est, généralement, nettement plus faible que celle des solutés dans le solvant <sup>(62)</sup>.

### **I-3.2. Facteurs influençant les performances de l'extraction**

Les phénomènes de transfert de soluté dans le solide, en l'occurrence la matière végétale, sont affectés par plusieurs facteurs caractérisant la matière solide, le soluté et le solvant, ainsi que par les conditions opératoires.

#### **1. Temps d'extraction**

Pour la majorité des plantes étudiées, le paramètre le plus valorisable est incontestablement le temps d'extraction. La rapidité d'extraction paraît être le principal atout dans l'extraction des huiles essentielles par micro-ondes. La littérature montre que, pour des rendements similaires en extraction des huiles essentielles, l'emploi de chauffage par microondes permet une réduction significative du temps d'extraction en comparaison avec la méthode classique <sup>(69)</sup>.

#### **2. Solide**

Le solide a une double influence sur le transfert de matière, l'une par sa taille, l'autre par sa structure.

La taille du substrat joue un rôle déterminant dans ce procédé qui est contrôlé par le transfert interne. Réduire la taille des particules diminue la longueur de diffusion du solvant et des solutés. Cependant, si les particules sont trop petites, on peut avoir des problèmes d'imperméabilité du lit d'extraction. La matière végétale a une microstructure complexe formée de cellules, d'espaces intercellulaires, de capillaires et de pores <sup>(74)</sup>.

### 3. Solvant

Un solvant, par définition, est une substance qui a le pouvoir de former avec d'autres substances une solution homogène <sup>(26)</sup>.

Nous avons tenu compte des différents mécanismes intervenant au cours de l'extraction:

1. **La capacité de pénétration** dans la matière, liée à la tension superficielle et à la viscosité.
2. **La solubilisation**, en relation avec la polarité, qui est décrite par des paramètres de solubilité, eux-mêmes liés notamment à la densité et à la masse moléculaire des solvants <sup>(28)</sup>.

Les propriétés recherchées pour les solvants d'extraction sont principalement <sup>(28)</sup>:

- ✓ une forte solubilité de l'huile essentielle ;
- ✓ une faible solubilité de l'eau ;
- ✓ une faible toxicité pour des applications alimentaires.

Les solvants les plus utilisés en extraction par micro-ondes sont : l'hexane, le toluène, le tétrachlorure de carbone, le dichlorométhane et l'éthanol. Le choix du solvant va définir le type de chauffage et par conséquent le mécanisme d'extraction et la composition du produit final <sup>(33)</sup>.

Dans l'industrie alimentaire ou pharmaceutique, le choix du solvant est très important. Les normes et les règles d'hygiène et de sécurité sont très strictes. Il ne doit pas en rester dans les produits finaux ou bien les traces doivent être suffisamment insignifiantes pour être inoffensives <sup>(73)</sup>.

Les propriétés des solvants utilisés lors de l'extraction des composants aromatiques sont regroupées dans le tableau suivant :

<b>Tableau (3.01):</b> Caractéristiques des solvants ayant été utilisés pour l'extraction des composants aromatiques				
<b>Solvants</b>	<b>Hexane</b>	<b>Ethanol</b>	<b>Chloroforme</b>	<b>Ether de pétrole</b>
<b>Masse moléculaire (g/mol)</b>	86,18	46,07	119,38	-
<b>Densité (20°C)</b>	0,66	0,79	1,48	0,65
<b>Tension superficielle (25 °C) (N/m<sup>2</sup>)</b>	0,0185	2,21	0,026	-
<b>Viscosité dynamique. 10<sup>6</sup> (pa.s) (25°C)</b>	320	1194	537 à 25	-
<b>Temperature d'ébullition normale (°C)</b>	64 à 69	78,5	61,2	40 à 65
<b>Constante diélectrique (25°C)</b>	1,9	24,5	5	-
<b>Moment dipolaire (deby) à (20°C)</b>	0,1	1,69	1.15	-

#### **4. Température**

Il est difficile de cerner de façon précise l'influence de la température sur l'extraction.

Dans la plupart des cas, les gammes élevées de température sont favorables au rendement d'extraction et ceci pour quatre principales raisons <sup>(62)</sup>:

- La chaleur facilite l'extraction en perméabilisant les parois cellulaires par dénaturation;
- La gamme des hautes températures usuelles, augmente la solubilité des matières à extraire;
- Elle augmente les coefficients de diffusion;
- Enfin, elle diminue la viscosité des solvants d'extraction, ce qui facilite non seulement le passage du solvant à travers la masse de substrat solide, mais aussi les opérations ultérieures de séparation.

La limite supérieure de la température est imposée par le point d'ébullition du solvant, par les risques de <sup>(62)</sup>:

- ✓ dégradation thermique du soluté;
- ✓ risques d'extraire des composés nuisibles.

#### **5. Puissance des micro-ondes appliquées**

A quelques exceptions, les puissances appliquées sont relativement élevées (supérieure à 500W) par rapport à la quantité du végétal à traiter (inférieure à 100g). Cependant ; la quantité de puissance appliquée est étroitement liée au temps d'extraction mais reste aussi en étroite relation avec la température de la matrice. Au cours de l'extraction par solvant assistée par micro-ondes, les puissances appliquées sont jusqu'à 45 fois supérieures à la masse de végétal à traiter. Mais les temps d'extraction varient entre 10 secondes et une minute <sup>(1)</sup>.

#### **6. l'agitation**

Une agitation mécanique des particules dans le solvant permet le maintien en suspension de celles-ci et l'homogénéisation du milieu. Elle a donc une grande influence sur le transfert de matière à l'interface solide-liquide <sup>(74)</sup>.

#### **7. l'humidité**

En règle générale, les matières végétales sont séchées pour faciliter leur conditionnement et surtout leur stockage. Un surplus d'humidité peut donc détériorer le substrat. De plus, lors de l'utilisation de solvants hydrophobes, la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur du solide en eau <sup>(73)</sup>.

### I-3.3. Modèle de diffusion dans la particule solide

Le concept de vitesse de diffusion à l'intérieur d'une matrice solide est difficile à étudier. Dans les situations pratiques, on a des conditions non stationnaires, avec une concentration du soluté qui varie selon le temps et la position dans la particule. Cette diffusion est généralement décrite par la deuxième loi de Fick :

$$\frac{\partial X}{\partial t} = -D_x \nabla^2 X \quad \dots\dots\dots [1]$$

Où X est la fraction de soluté dans le solide et  $D_x$  le coefficient de diffusion moléculaire du soluté.

Cette équation est valide pour la diffusion d'un soluté dans un corps poreux rigide sous la condition que la structure soit considérée comme quasi homogène et macroscopiquement isotrope.

Une résolution analytique est accessible lorsque le transfert est supposé monodirectionnel et le coefficient de diffusion constant. Par contre dans le cas où celui-ci est variable, on doit avoir recours à des méthodes numériques de résolution <sup>(74)</sup>.

Bichel (1979), Udaya-Sankar et al. (1983), Spiro et Selwood (1984) and Hulbert et al. (1998), ont étudié la diffusion de la caféine des grains de café, avec la solution analytique de la deuxième loi de Fick. Ces auteurs ont développé le modèle suivant <sup>(44)</sup> :

$$\ln\left(\frac{C_{ye}}{C_{ye} - C_y}\right) = \frac{\left(1 + \frac{\rho_x \cdot V_x}{\rho_y \cdot K \cdot V_y}\right)}{\left(\frac{R}{D_x} + \frac{1}{k_1} + \frac{\delta}{K \cdot D_y}\right)} \cdot t \quad \dots\dots\dots [2]$$

**Avec :**

$C_{ye}$  : La concentration de la caféine dans le solvant à l'équilibre ( $\text{g/m}^3$ )

$\rho_x, \rho_y$  : La masse volumique de la caféine dans le solide et dans le solvant respectivement ( $\text{Kg/m}^3$ )

$V_y, V_x$  : Volume du solvant et du solide respectivement ( $\text{m}^3$ )

K : constante de distribution

R : Rayon du solide (m)

$D_x, D_y$  : : Coefficient de diffusion dans le solide et dans le solvant ( $\text{m}^2/\text{s}$ )

$\delta$  : L'épaisseur de la couche limite (m)

$k_1$  : Constantes de vitesse du premier ordre

### I-3.4. Travaux antérieurs sur la cinétique d'extraction

Les premières études sur la vitesse de distillation remontent du 19<sup>emè</sup> siècle.

Zeller constate en 1851, lors du traitement du carvi, que la fraction oxygénée, la moins volatile est recueillie avant les hydrocarbures. Mais il ne peut attribuer à ce phénomène une explication satisfaisante. Ce n'est que quelques décennies plus tard, qu'une explication est donnée par Von Rechenberg <sup>(70)</sup> en 1910, lorsqu'il entreprend une étude fondamentale sur la distillation des huiles essentielles. Avec le girofle et quelques ombelliféracées, il obtient des résultats analogues à ceux de Zeller et considère que la température d'ébullition des constituants ne permet pas d'expliquer l'ordre de distillation en accord avec leur polarité, mais que celle-ci correspond à une inversion de leur volatilité. Par ailleurs il spécifie que ce processus n'a lieu qu'avec les organes de plantes intactes, c'est-à-dire qui n'ont pas subi d'endommagement (concassage, broyage), sinon l'ordre de distillation des composés s'effectue selon leur volatilité jusqu'à ce que la fraction d'essence directement exposée à la vapeur soit épuisée <sup>(29)</sup>.

En 2004 ; quelques recherches sont développées afin de comparer qualitativement les extraits obtenus par différentes méthodes d'extraction. Ces différentes méthodes sont l'hydrodistillation conventionnelle, l'extraction par solvant, l'hydrodistillation assistée par micro ondes et l'extraction par fluide supercritique de métabolites secondaires à partir de *Lippia alba* et *Xylopi aromaticum*. L'extraction par solvant (ES) s'est révélé la plus efficace pour l'obtention de monoterpène hydrocarboné, suivie par l'extraction par micro ondes (EMO), puis de l'hydrodistillation conventionnelle (EH) et enfin de l'extraction par fluide à l'état supercritique (EFS). Par contre, l'extrait le plus riche en monoterpènes oxygénés a été l'obtenu par EFS, puis ES, EH et EMO. Alors que la concentration la plus haute en sesquiterpènes hydrocarbonés a été obtenue par EFS, puis ES, EMO, EH. Pour les sesquiterpènes oxygénés, l'ordre est le même, sauf que le rendement du procédé d'extraction par solvant a été la plus faible <sup>(29)</sup>.

# *Chapitre I-4*

*La matière végétale*  
*(Zingiber officinale)*

Passons maintenant en revue quelques-unes des principales caractéristiques du substrat végétal qui a fait l'objet de notre étude.

Parmi les 80 mille espèces végétales; seule 30 espèces ont été mentionnées et nommées dans le coran, et parmi eux on a choisi le gingembre, car il est cité comme étant la boisson du peuple de Paradis, ce qui montre la grande valeur qu'il doit avoir, et en plus ; il est très consommé en Algérie au cours de cette dernière décennie.

Il est mentionné dans le Coran :

" Allah les [les vertueux] protégera donc du mal de ce jour-là, et leur fera rencontrer la splendeur et la joie, et les rétribuera pour ce qu'ils auront enduré, en leur donnant le Paradis et des [vêtements] de soie, [...]. Et là, ils seront abreuvés d'une coupe dont le mélange sera de zanjabil, puisé là-dedans à une source qui s'appelle Salsabila. " Sourate Al-Insane

### I-4.1. Description

**Espèce :** Zingiber officinale.

**Arabe :** zandjabile

Herbacée vivace par son rhizome à croissance horizontale. Appartenant à la famille des zingibéracées. Les tiges stériles ont jusqu'à 1 m de haut et portent de longues feuilles à port de roseau : elles sont alternes, leur limbe entier, glabre, lancéolé et acuminé, leur pétiole engainant et ligulé <sup>(46)</sup>.

Cette plante exige un climat tropical, une atmosphère très humide, une température relativement stable ainsi qu'un sol léger, riches en humus, suffisamment irrigué et un endroit semi- ombragé.

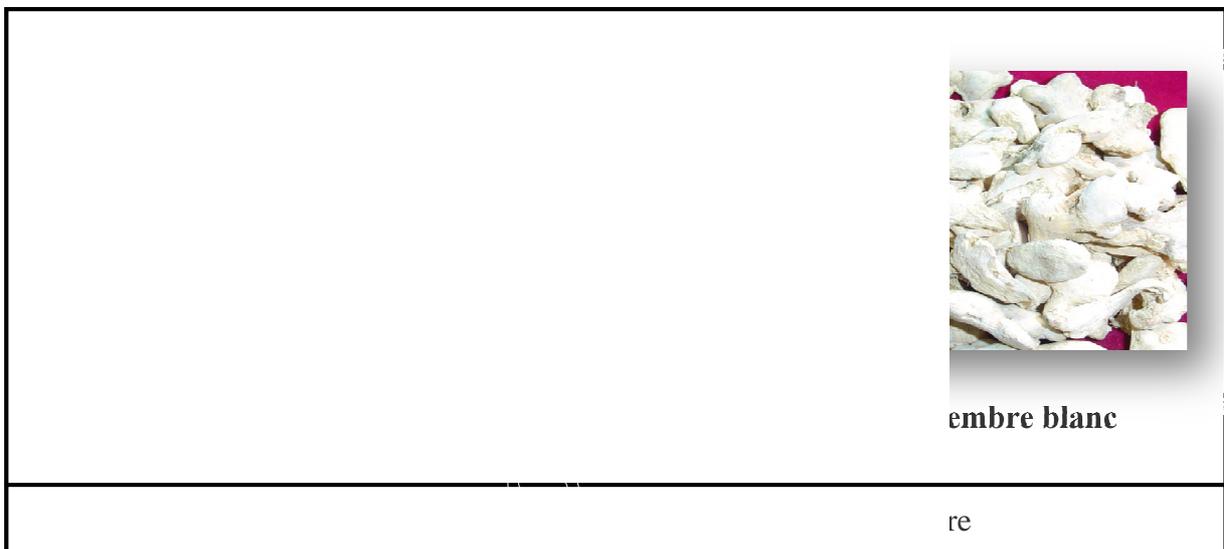
Tributaires des conditions climatiques, de la nature du sol et des méthodes de culture, la composition et la qualité des rhizomes varient considérablement d'un pays à l'autre <sup>(38)</sup>:

- **Le jamaïcain :** rhizome clair, jaune pâle, pelé de cassure fibreuse, aromatique et piquante avec un arrière goût citronné et se conforme aux exigences pharmacopées;
- **Le chinois :** rhizome non pelé, brun clair, de saveur douce, produit en très grande quantité,
- **L'africain de l'Ouest :** rhizome très foncé ; possède une puissante saveur camphrée qui en fait un produit de choix pour la production d'huile essentielle et d'oléorésine, dont on tire des arômes employés en cuisine, en parfumerie ou dans les médecines de l'Extrême-Orient.

## I-4.2. Les différentes formes de gingembre

On trouve dans le commerce différentes formes de gingembre (figure 4.01) <sup>(38)</sup>:

- ▶ Le rhizome du gingembre simplement séché à l'air constitue le gingembre gris ou noir (appelé parfois gingembre vêtu).
- ▶ Pelé, lavé et séché au soleil, il est nommé "gingembre blanc" ou "gingembre décortiqué".
- ▶ Le rhizome frais, ou gingembre vert, possède une note citronnée, camphrée qui s'atténue au séchage et alors seul reste le piquant. C'est pourquoi il est conseillé de l'utiliser frais, surtout qu'il se conserve très bien.



## I-4.3. Composition

Le gingembre frais est assez riche en eau (85%), alors que sous forme de poudre, il n'en renferme plus que 9 à 10 %.

Ses glucides (environ 10 % dans le gingembre frais, et plus de 60 % après séchage) se caractérisent par une proportion élevée d'amidon aux grains de forme typique, faciles à identifier <sup>(46)</sup>.

Les fibres (essentiellement de la cellulose et des hémicelluloses) représentent plus de 9 % des constituants de la poudre, mais 1 % seulement du gingembre frais.

Le gingembre frais peut fournir jusqu'à 35 mg de vitamine C aux 100 g, mais cette dernière a pratiquement entièrement disparu du gingembre séché. On ne trouve dans le gingembre en poudre que de petites quantités de vitamines B1, B2 et B3 <sup>(24)</sup>.

Le gingembre frais fournit 60 kcalories (250 kJoules) aux 100 g, et le gingembre séché 322 kcalories (1346 kJoules).

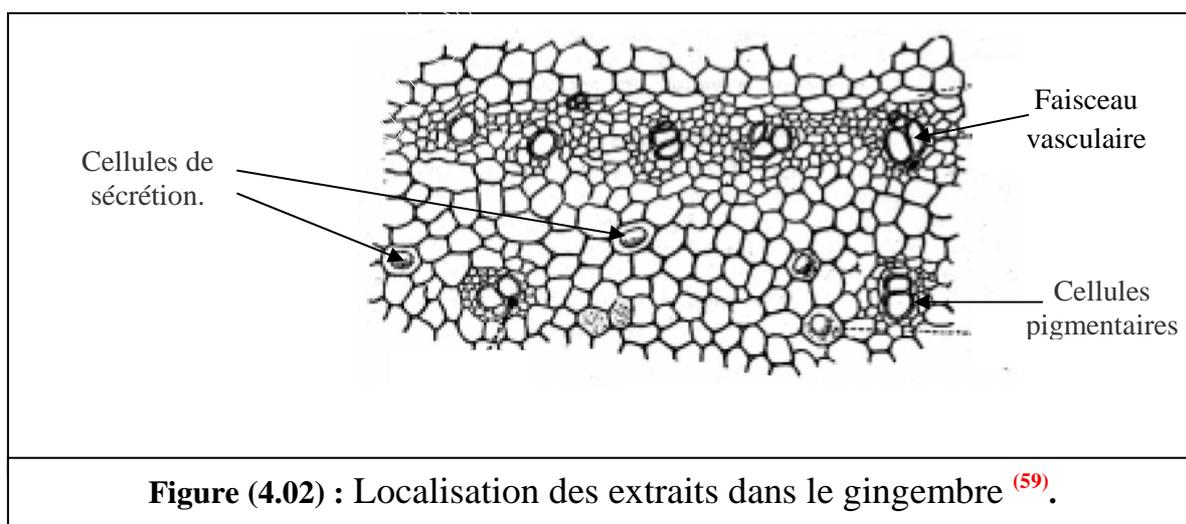
La Composition moyenne pour 100 g de gingembre frais est <sup>(39)</sup> :

composants	g
Eau	85
Glucides (amidon en majorité)	10
Protides	1,8
Lipides	1,5
Fibres	1

Minéraux	mg
Potassium	1126
Phosphore	144
Calcium	43
Magnésium	157
Sodium	33
Fer	14
Cuivre	0,4

vitamines	mg
Vitamine B1	0,05
Vitamine B2	0,20
Vitamine B3	5,20
Vitamine C	35,00

La figure (4.02) présente la localisation des extraits dans le gingembre :



**Figure (4.02) : Localisation des extraits dans le gingembre <sup>(59)</sup>.**

### i. L'huile essentielle

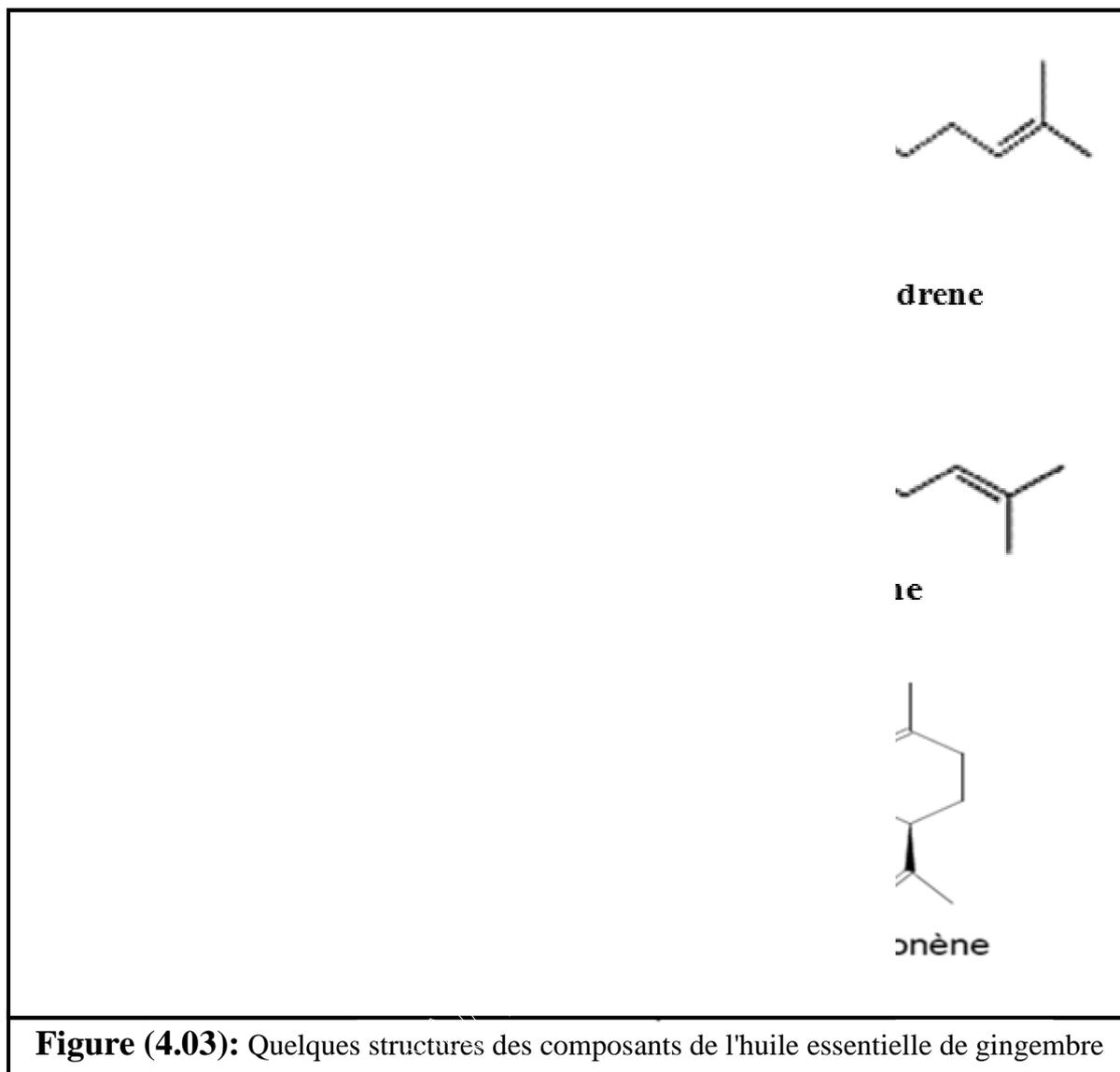
Elle est obtenue par distillation à la vapeur d'eau des rhizomes de *Zingiber officinalis*.

L'huile essentielle de gingembre dont le rendement est 1 à 4,3%, possède une odeur citronnée très proche du rhizome frais <sup>(38)</sup>. D'après les normes internationales, et selon les études précédemment effectuées sur la composition de l'huile essentielle plus de 160 constituants ont été identifiés, mais sa composition varie de façon importante selon les origines <sup>(24, 46)</sup> :

**Tableau (4.01) : Composition chimique de l'huile essentielle de gingembre <sup>(38)</sup>**

Familles	Constituants	Proportion	Remarque
<b>Sesquiterpene hydrocarbure</b>	Zingibérène	7-50%	Diminue au cours de la conservation
	sesquiphellandrène	2-12%	
	<i>ar</i> -curcumène	0,2-19%	Augmente au cours de la conservation
<b>Sesquiterpenes alcool</b>	Sesquiphellandrol Zingiberol	0-2%	
<b>Monoterpenes</b>	1,8-cineole	0-13%	
	cymène	0,2-11%	
	nérolidol	0-9%	
	pinéne	1,8-4,2%	
	linalol	1-5,5%	
	camphène	0-15%	
	citral	<10%	
<b>Aliphatique</b>	Nonanol	2-8%	
	propanol	0,1-3,1%	

La figure (4.03) présente la structure de quelques composants retrouvés dans l'huile essentielle de gingembre.

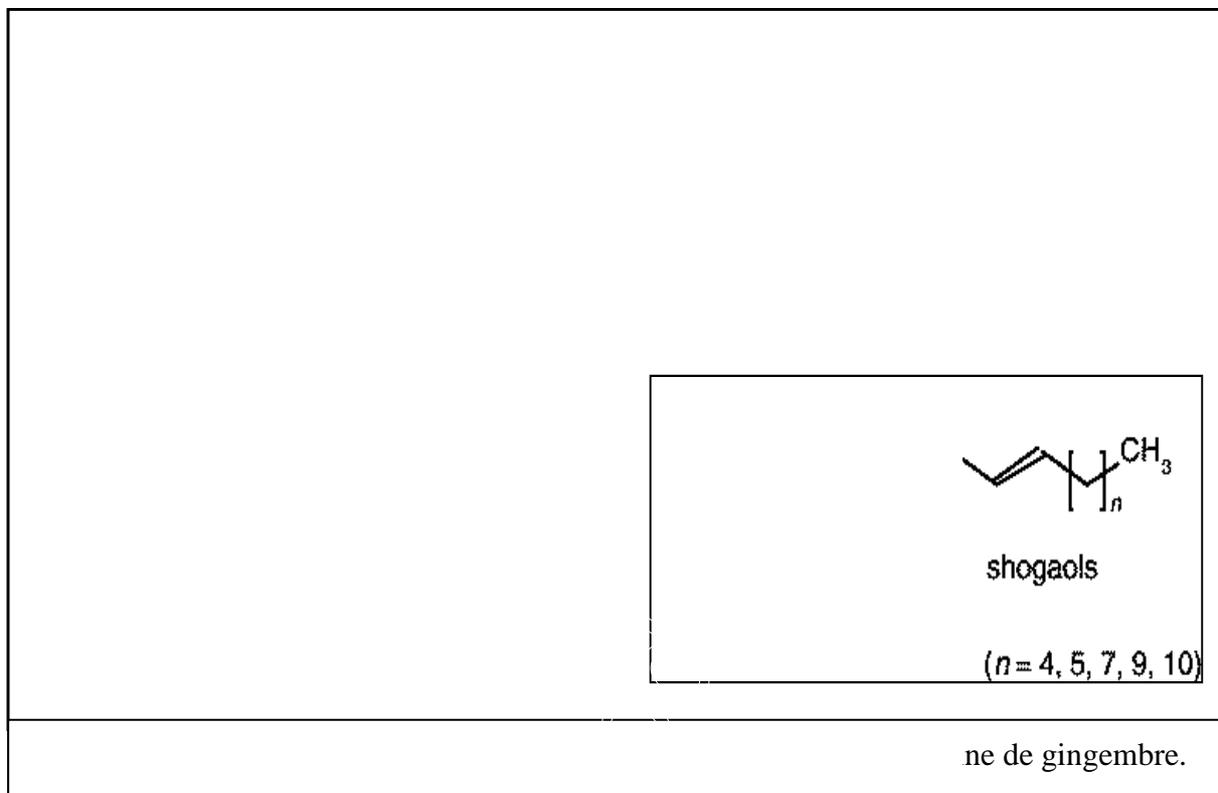


## ii. L'oléorésine

Selon les études précédemment effectuées sur la composition d'oléorésine, les constituants suivants ont été identifiés <sup>(38)</sup>:

- ✓ Phényl-éthyl-n-alkyl-cétone :
- Gingerols, - methyl-gingerols
- methyl-shogaols - 6-paradol – Gingerdiones - Acide 6-gingesulfonique
- Zingérone : formé au cours de la conservation à partir des gingérols
  - ✓ Gingerdiols
- 6-gingerdiol - glycoside - 6-methylgingerdiol
  - ✓ 1,7-diarylheptanoides
    - hexahydroxycurcumin - gingerenones - isogingerenone - diarylheptanonols
  - ✓ Diterpenes

• Le principal composé actif responsable du goût piquant du gingembre est le (6)-gingérol. Durant la déshydratation du gingembre, les gingérols sont convertis en composés nommés shogaols, et les paradols <sup>(46, 48)</sup>.



### iii. L'hydrolat

L'hydrolat est un sous-produit de la distillation des plantes. Il se caractérise par la seule présence d'eau et des molécules aromatiques.

Les hydrolats peuvent être utilisés en cuisine, pulvérisés dans l'air, versés dans l'eau du bain ou encore ajoutés à la composition de produits de soins du corps et de nettoyage. Ils conviennent bien aux personnes sensibles et aux bébés <sup>(40)</sup>.

L'hydrolat de gingembre, hautement agréable, se révèle un excellent tonique digestif. On l'utilise avantageusement en cas de constipation et d'impuissance. Bon anti-catarrhal et expectorant, on l'utilise en cas de bronchite chronique ou de troubles respiratoires <sup>(40)</sup>.

### I-4.3. Fonctions et indications de gingembre

#### a) En médecine traditionnelle

- Ibn al-quayyim <sup>(63)</sup> dit dans at-tib An-nabawi (la médecine prophétique) :

Le gingembre est chaud au deuxième degré. Humide au premier degré ; il est réchauffant, facilite la digestion, relâche le ventre de façon modérée ; il est utile contre l'obstruction du foie causée par le froid et l'humidité ; il est utile de même contre l'obscurité visuelle causée par l'humidité ; si on en mange ou on enduit les yeux.

Il aide au coït, et décompose les flatuosités grosses produites dans les intestins et l'estomac. Il est bon en général pour le foie et l'estomac de tempérament froid.

- En médecine ayurvédique, la drogue de gingembre est employée dans le traitement des migraines. Des expériences ont pu prouver l'effet prophylactique de gingembre cru absorbé avec la nourriture : on constate une diminution de la fréquence des crises migraineuses et un effet symptomatique 30 min après une administration de 500 mg à 600 mg de poudre de gingembre dans de l'eau des prises doivent être répétées toutes les 4 heures et durant 3 ou 4 jours <sup>(38)</sup>.

#### b) En médecine moderne

L'utilisation moderne du gingembre en phytothérapie remonte à seulement quelques années. En 1980, on découvrit par hasard que la consommation de gingembre réduisait les nausées en période de rhume <sup>(41)</sup>.

- **Antioxydants** : Les antioxydants sont des composés qui protègent les cellules du corps des dommages causés par les radicaux libres, de certains cancers et d'autres maladies liées au vieillissement <sup>(42)</sup>. Une quarantaine de composés antioxydants ont été découverts dans le gingembre. Certains d'entre eux seraient résistants à la chaleur et pourraient même être libérés durant la cuisson, ce qui pourrait expliquer l'augmentation de l'activité antioxydants du gingembre cuit <sup>(45)</sup>.

À la suite d'une trentaine d'analyses effectuées, le gingembre, ainsi que le curcuma, la menthe, la coriandre, la betterave, la tomate, le brocoli et les choux, se sont classés parmi les quatorze végétaux frais les plus fortement antioxydants <sup>(47)</sup>.

- ✓ Une étude démontre que les *shogaols* pourraient protéger les cellules d'un composé impliqué dans le développement de la maladie d'Alzheimer <sup>(50)</sup>.

- **Nausées et vomissements** : Plusieurs études ont évalué l'effet antiémétique attribué au gingembre. D'abord, deux études révèlent que la consommation de 0,5 g à 1,5 g de gingembre

en poudre pourrait être efficace pour traiter les nausées et les vomissements durant la grossesse (49.51).

✓ Prévient les nausées et les vomissements associés à la chimiothérapie ou à une anesthésie (49).

• **Inflammation** : Les propriétés anti-inflammatoires de certains constituants du gingembre sont reconnues depuis fort longtemps et sont bien documentées in vitro (52). Parmi les composés connus, mentionnons principalement les *gingérols* dont les effets bénéfiques ont été également observés chez l'animal (53), mais aussi les *shogaols* et les *paradol*s qui exerceraient leurs effets par différents mécanismes d'action (52). D'autres composés actifs jouent probablement aussi un rôle, il reste à les découvrir.

• **Digestion** : Gingembre est peut-être la meilleure plante pour la digestion. Elle contribue à la décomposition des protéines pour débarrasser l'estomac et les intestins de gaz. Elle facilite également la digestion des aliments gras.

✓ L'extrait protège l'estomac de l'action délétère de composés ulcérogènes comme l'acide chlorhydrique dilué dans l'éthanol, l'indométacine et l'acide acétylsalicytique (38).

• **Diminue les taux de LDL cholestérol** : Les études démontrent que le gingembre peut abaisser le taux de cholestérol en diminuant l'absorption du cholestérol dans le sang et le foie. Son extrait peut aider à réduire les niveaux de LDL (mauvais cholestérol) dans le corps, réduisant ainsi le risque de développer une maladie cardiaque (54).

• **Gingembre et le diabète** : Une récente étude réalisée chez l'animal a démontré que l'ajout d'un extrait de gingembre à la diète de rats diabétiques diminuait leurs taux sanguins de glucose, de cholestérol et de triglycérides (55). Un tel effet sur le glucose n'avait pas été observé auparavant chez des rats non diabétiques (56), ce qui laisse entrevoir que le gingembre pourrait exercer son effet spécifique en présence de diabète. Ce sont là des résultats prometteurs qui ouvrent la porte à davantage d'études permettant de connaître l'effet du gingembre dans le contrôle du diabète.

• Le gingembre consommé en fortes doses (10g en poudre seule prise) freine l'agrégation plaquettaire (38).

• **Bloquer les cellules cancéreuses:**

Des chercheurs ont pu constater grâce à des souris auxquelles on avait inoculé un cancer colorectal humain que le *gingérol* freinait le développement des cellules cancéreuses. D'autres études menées à l'université du Michigan ont montré qu'une solution de gingembre

versée sur une culture de cellules ovariennes cancéreuse les tuait par autodigestion et autodestruction <sup>(57)</sup>.

Le 6-gingérol et le 6-Paradol suppriment l'accroissement des cellules cancéreuses humaines <sup>(24)</sup>.

- **Douleurs rhumatismales :** Deux études de cas indiquent que le gingembre pourrait être utile pour contrer la douleur associée à l'arthrite rhumatoïde <sup>(41.49)</sup>. Une étude clinique menée auprès de 247 sujets souffrant d'une arthrose du genou a démontré qu'un extrait de gingembre pouvait soulager modérément ce type de douleur articulaire. Une recherche antérieure n'avait pas constaté de différence significative entre l'effet d'un extrait de gingembre seul et celui d'un placebo chez des personnes souffrant d'arthrose au genou ou à la hanche <sup>(58)</sup>.

- ✓ Gingembre améliore et stimule la circulation et détend les muscles entourant les vaisseaux sanguins, ce qui facilite l'écoulement du sang dans l'organisme.

- **Contre la diarrhée :** Après des études préliminaires effectuées sur des souris de laboratoires, des chercheurs taiwanais ont trouvé que des extraits de gingembre pourraient être utilisés comme traitement contre la bactérie provoquant la diarrhée. En effet, Hsiang-Yun et son équipe de l'Université médicale chinoise de Taichung ont montré que le *zingerone*, un des composants de l'oléorésine, pourrait bloquer l'entérotoxine *E. coli* responsable des diarrhées <sup>(60)</sup>.

- ✓ Les composés de l'huile essentielle particulièrement le *B-sesquiphellandrène* et le *zingibérène*, freinent la multiplication du rhinovirus (responsable d'épidémies) <sup>(38)</sup>.

#### I-4.4. Effets secondaires et précautions

- ▶ Aucune toxicité aiguë ou chronique lors de la prise de rhizome de gingembre aux doses habituellement prescrites n'a été relevée alors que des crampes intestinales et un blocage de l'activité de l'estomac ont été notés en cas de surdosage <sup>(64)</sup>.

- ▶ L'action anticoagulante du gingembre devrait être surveillée après une chirurgie pour éviter les risques de saignement <sup>(61)</sup>.

- ▶ Aucun effet indésirable maternel sévère n'a été signalé au cours des essais cliniques chez les femmes enceintes <sup>(64)</sup>.

#### I-4.5. Travaux antérieures sur le gingembre

L'huile essentielle et l'oléorésine de gingembre produites à l'échelle industrielle en Asie et en Amérique sont vendues sur le marché mondial, pour des applications dans les industries agroalimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques <sup>(66)</sup>.

En Algérie, la culture et la recherche sur les propriétés de cette plante miracle sont mal connues, et il ne se trouve dans notre marché que le gingembre chinois.

En 2005, des études ont été effectuées à Université de Ngaoundéré en Cameroun pour encapsulation d'huile essentielle de rhizome de gingembre. L'extraction des huiles essentielles a été réalisée par la technique classique d'hydrodistillation, celle-ci dure quatre heures. L'analyse qualitative des huiles essentielles est faite par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/SM), on montré que les composants majeurs sont : neral, geranial, zingiberène, E- $\beta$ -farnesène <sup>(66)</sup>.

En 2007, Adolfin Koroch <sup>(67)</sup> a effectué une étude analytique comparative (tableaux 4.02 & 4.03) concernant la composition chimique et les propriétés physico-chimiques d'huile essentielle de rhizome de gingembre de Madagascar avec l'huile essentielle de gingembre commerciale disponible et des normes de FCC (Food Chemical Codex 1996).

<b>Tableau (4.02) : Principales propriétés physico-chimiques de gingembre <sup>(67)</sup></b>				
<b>Origine</b>	<b>Couleur</b>	<b>Densité à 20°C</b>	<b>Indice de réfraction</b>	<b>Pouvoir rotatoire</b>
Madagascar	jaune	0,936	1,4927	11,4
Commerciale	Jaune pâle	0,8803	1,4884	-33,9
<b>FCC</b> Food Chemical Codex	Jaune à jaune pâle	0,870 à 0,882	1,488 à 1,494	-28 à -47

<b>Tableau (4.03) : Composition chimique des huiles essentielles de gingembre de différentes origines <sup>(67)</sup></b>		
<b>Constituants</b>	<b>Madagascar</b>	<b>Ghana</b>
$\alpha$ -pinéne	7,4	-
camphène	<b>22,8</b>	0,2
$\beta$ -phellandrène	8,2	0,4
1,8- Cinéole	8,7	0,9
neral	2,4	11,2
géraniale	4,2	<b>17,8</b>
<i>ar</i> -curcumène	<b>15,3</b>	4,5
$\alpha$ -Zingibérène	5,2	<b>18,1</b>
$\beta$ -bisabolène	7,4	6,4
$\beta$ -sesquiphellandrène	6,3	6,8
Total analysé	94,1	80,7

# **Partie II :**

## *Méthodes Compréhensions et Valorisation*

*Chapitre II-1 : Optimisation des paramètres d'extraction*

*Chapitre II- 2 : Étude comparatives et analytiques*

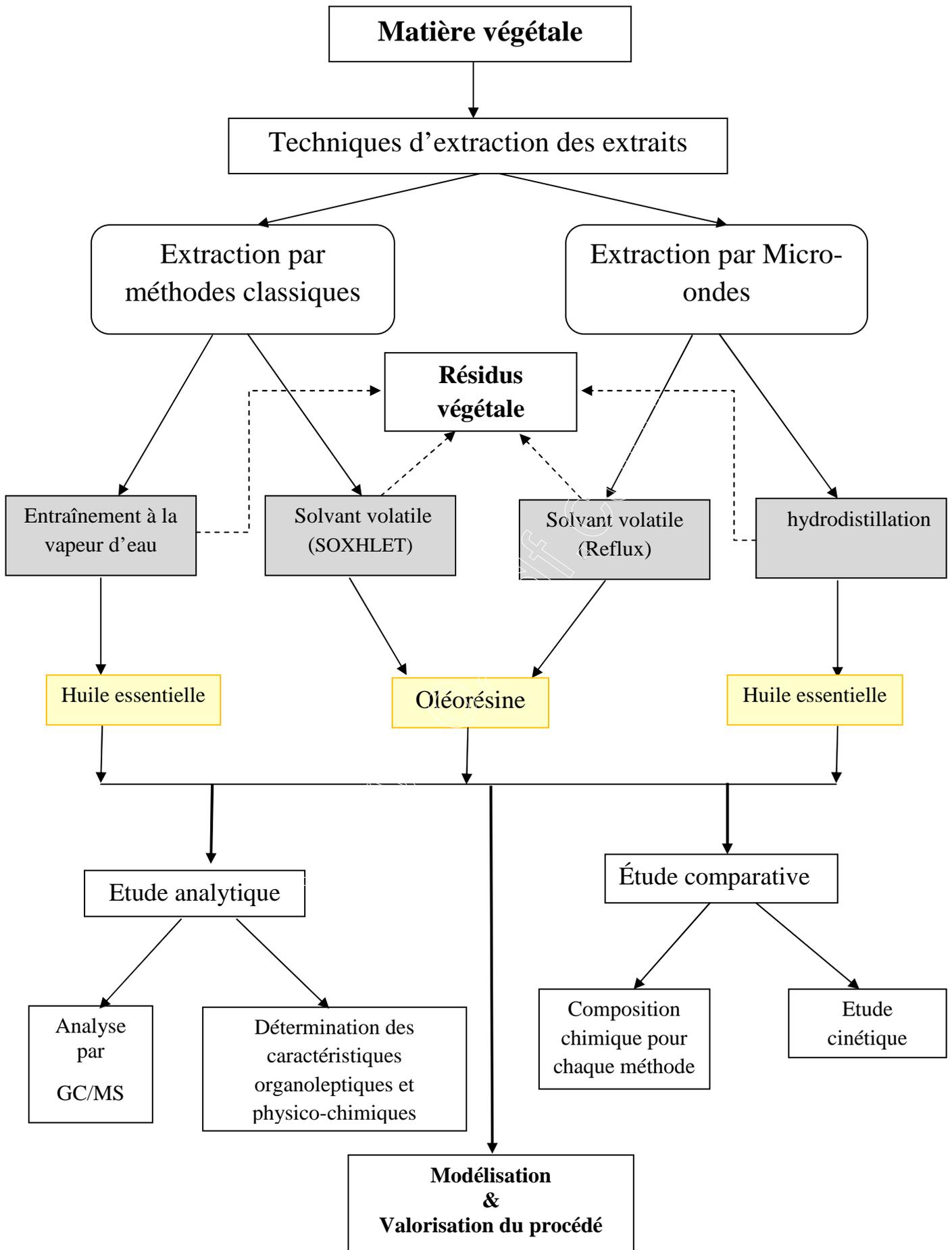
*Chapitre II-3 : Modélisation et valorisation du procédé*

La partie expérimentale a été réalisée au laboratoire de chimie du département de génie des procédés.

Notre travail a pour but, l'extraction des essences et des oléorésines contenues dans les rhizomes de gingembre par deux méthodes : Classiques (EV, SOXH) et Micro-ondes, afin d'améliorer le rendement, de diminuer le temps d'extraction et le volume du solvant utilisé.

- La première partie sera consacrée à l'optimisation des paramètres d'extraction tels que, la masse et la durée d'extraction de gingembre, la nature et le volume du solvant utilisé,
- La deuxième partie est consacrée à l'évaluation des propriétés physico-chimiques des extraits. Aussi une étude comparative entre les deux techniques d'extraction, sera réalisée en termes de rendement, de cinétique d'extraction et de composition chimique des extraits obtenus.
- Par la suite, nous nous sommes intéressés à la modélisation des extractions par application d'un modèle cinétique. De même, un mécanisme d'extraction sera proposé dans le but de mieux comprendre les phénomènes mis en jeu lors de l'extraction par MO.

En dernier lieu, le travail sera parachevé par une étude environnementale, et économique pour connaître le coût total d'une analyse par les deux méthodes : EV et MO.



# *Chapitre II-1*

*Optimisation des paramètres  
d'extraction*

Cette partie est consacrée à la présentation de l'ensemble du matériel et des protocoles expérimentaux que nous avons utilisés au cours de nos travaux.

Dans le but d'optimiser l'application des procédés de l'extraction des extraits de gingembre, nous avons procédé à l'utilisation de la méthodologie expérimentale classique, qui consiste à fixer le niveau de toutes les variables sauf une, et à mesurer la réponse du système pour différentes valeurs de cette variable.

Plusieurs expériences préliminaires ont été menées sur différents types de gingembre (sec gris, sec blanc et frais).

## II-1.1. Les méthodes conventionnelles d'extraction

### II-1.1.1. Entraînement à la vapeur

#### a) Description de l'installation:

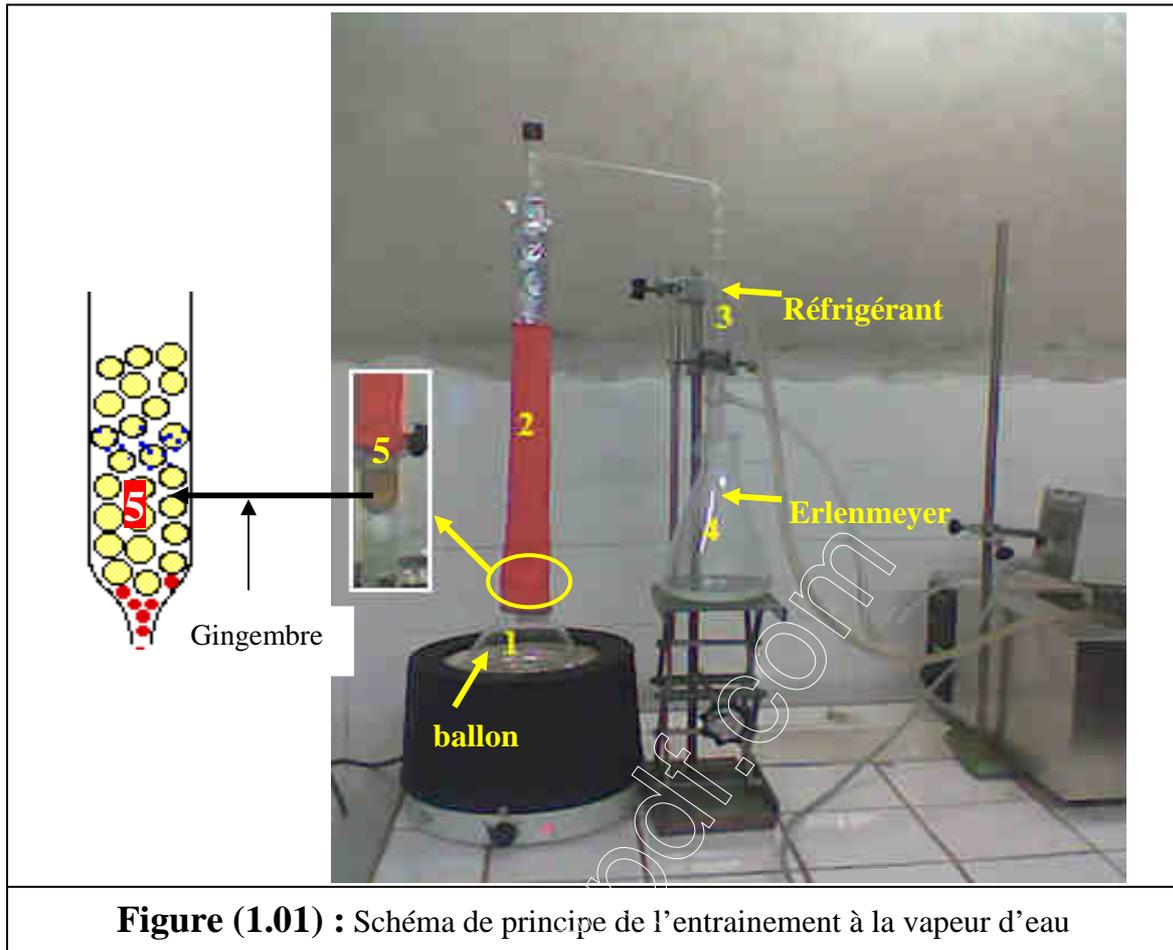
L'extraction des huiles essentielles par entraînement à la vapeur d'eau, a été réalisée à l'aide d'une chauffe ballon sous pression atmosphérique. Le montage élaboré est présenté par la figure (1.01), il est constitué d'un ballon (1) de 1 litre contenant de l'eau mis en chauffage, on monte une colonne (2) de 4 cm de diamètre, et 30 cm de longueur. Le matériel végétal (5) préparé est pesé et introduit dans la colonne. La vapeur d'eau traverse le matériel végétal en entraînant les produits volatils vers la colonne de condensation (3), celle-ci est recueillie dans une Erlenmeyer (4). La séparation entre l'eau et les huiles essentielles est améliorée par l'utilisation de 10 % de l'éther de pétrole qu'on évapore par la suite dans un évaporateur rotatif sous vide à une température d'environ 60°C, puis pesée afin de calculer le rendement de l'extraction par rapport à la masse de matériel végétal.

La charge de matière végétale traitée et la durée de l'extraction, sont les paramètres qui ont été modifiés au fil des expériences d'entraînement à la vapeur d'eau, dans le but de trouver le meilleur compromis entre chacun d'eux, et d'augmenter la quantité d'extrait.

L'optimisation de l'extraction est donc basée sur l'obtention d'un rendement le plus élevé possible.

Le rendement d'extraction est la quantité de soluté extraite ( $M_{EX}$ ) dans le solvant normalisée par rapport à l'unité de masse de la matière végétale traitée (g/g de  $M_{MV}$ ).

$$Y_{HE} (\%) = \frac{M_{EX}}{M_{MV}} \cdot 100$$



**Figure (1.01) :** Schéma de principe de l'entraînement à la vapeur d'eau

L'espèce végétale étudiée en l'occurrence, soit le gingembre frais, sec gris et sec blanc, est une espèce commercialisée en provenance de Chine et donc disponible au sein de la Wilaya de CHLEF.

#### b) Gingembre sec gris

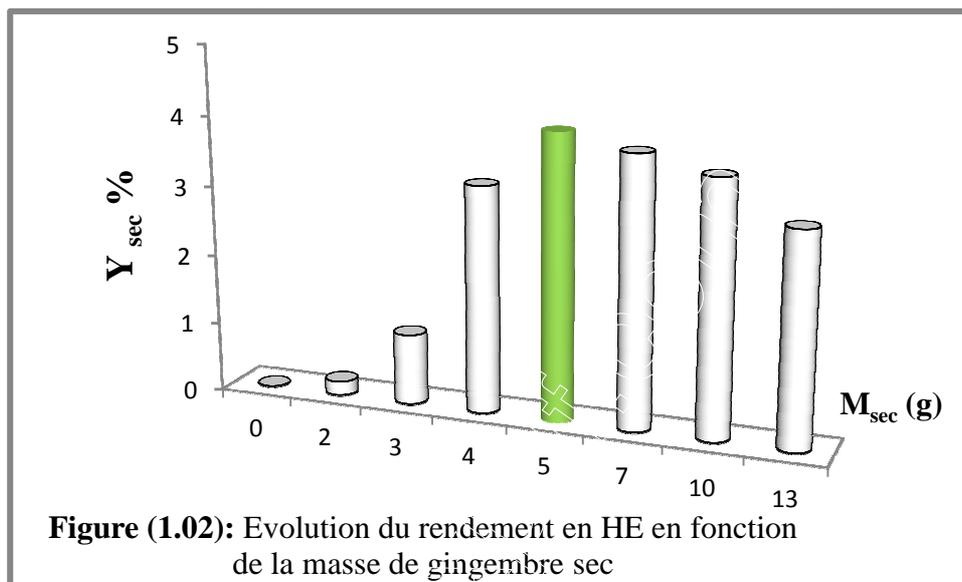
L'étude de l'extraction a été réalisée sur des rhizomes broyés de gingembre sec gris.

- **Influence de la charge de matière végétale traitée**

Une étude préliminaire a été réalisée sur un échantillon de masses différentes de gingembre (2 g à 13 g) ayant pour objectif de choisir la masse qui présentait la plus grande quantité d'huile essentielle. Pour cela, nous avons procédé à l'extraction des huiles essentielle en utilisant ces quantités de gingembre, selon le protocole défini précédemment, durant 2 heures.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau (1.01) et illustrés par la figure (1.02).

<b>Tableau (1.01) : Evolution du rendement d'extraction en huile essentielle en fonction de la masse de gingembre sec gris</b>								
<b>M<sub>sec</sub>(g)</b>	0	2	3	4	<b>5</b>	7	10	13
<b>Y<sub>sec</sub> %</b>	0	0,2	1,01	3,23	<b>4,04</b>	3,83	3,6	3,01

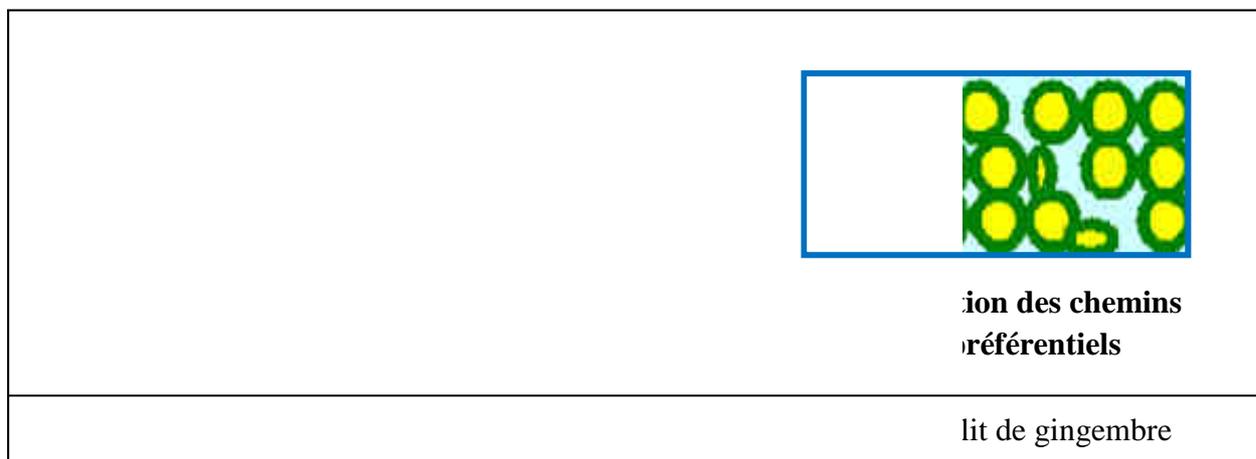


Nous pouvons observer que plus nous augmentons la charge de gingembre plus le rendement d'extrait augmente jusqu'à la masse optimale, puis diminue.

Nous interprétons ce phénomène par le profil d'écoulement de la vapeur à travers le lit. La taille des particules de gingembre, et la répartition de celle-ci dans la colonne font que la vapeur circule plus ou moins facilement.

On constate, qu'une quantité insuffisante de gingembre ou le tassement de ce dernier, provoque la création des chemins préférentiels, comme nous le montre la figure (1.03), la vapeur circule librement et rapidement à l'intérieur de lit et les équilibres entre phase fixe et mobile ne se font plus correctement ce qui diminue le rendement d'extraction.

Donc il faut que le chargement soit suffisamment régulier pour éviter des passages préférentiels de la vapeur d'eau, et le colmatage du lit.



- **Influence du temps d'extraction sur le rendement en huile essentielle**

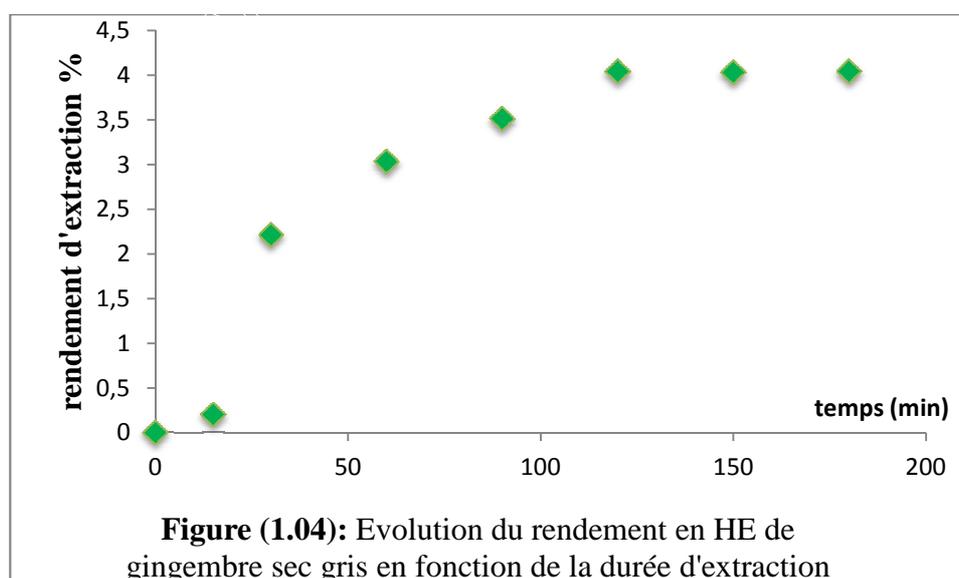
La durée d'extraction est théoriquement le temps nécessaire à la récupération de la totalité de l'huile contenue dans la matière végétale. Or en pratique, il est difficile de récupérer toute l'huile. Ce temps correspond alors au moment pour lequel la quantité d'huile reste constante dans le distillat. Il détermine la fin du processus.

Lors de cette étude, 5 grammes de gingembre sec gris ont été introduits dans la colonne lesquels est soumis à une extraction par entrainement à la vapeur d'eau.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau (1.02) et illustrés par la figure (1.04).

**Tableau (1.02) : Evolution du rendement en HE en fonction de la durée d'extraction**

Temps (min)	0	15	30	60	90	120	150	180
$Y_{sec}$ %	0	0,2	2,21	3,03	3,51	<b>4,04</b>	4,03	4,04



Nous pouvons observer que le rendement atteint un maximum après 120 min temps d'entraînement, puis il se stabilise.

L'évolution des rendements d'extraction passe par trois étapes :

- Une première partie relative au chauffage de la matière végétale et correspondant à la montée en température au sein du réacteur, étape durant laquelle aucune extraction d'huile essentielle ne se produit.
- La seconde étape correspond au début de la distillation de l'huile essentielle. Au cours de cette étape, le rendement augmente de façon significative jusqu'à environ 4%.
- Enfin la dernière et troisième étape indique un ralentissement de l'augmentation du rendement avec apparition d'un pseudo palier.

Lors de l'ébullition, la membrane externe ou la cuticule qui constitue les seules barrières à la libération de l'huile essentielle de gingembre gris, est vite rompue, et les composés volatils sont aussitôt évaporés d'où la courte barrière pour atteindre le pic cumulatif de l'extraction.

### c) Gingembre frais

L'étude de l'extraction a été réalisée sur le gingembre frais, les rhizomes ont été lavés puis râpés à l'aide d'une râpe de cuisine.

- **Influence de la charge de matière végétale traitée**

Les essais sont effectués dans les conditions opératoires suivantes :

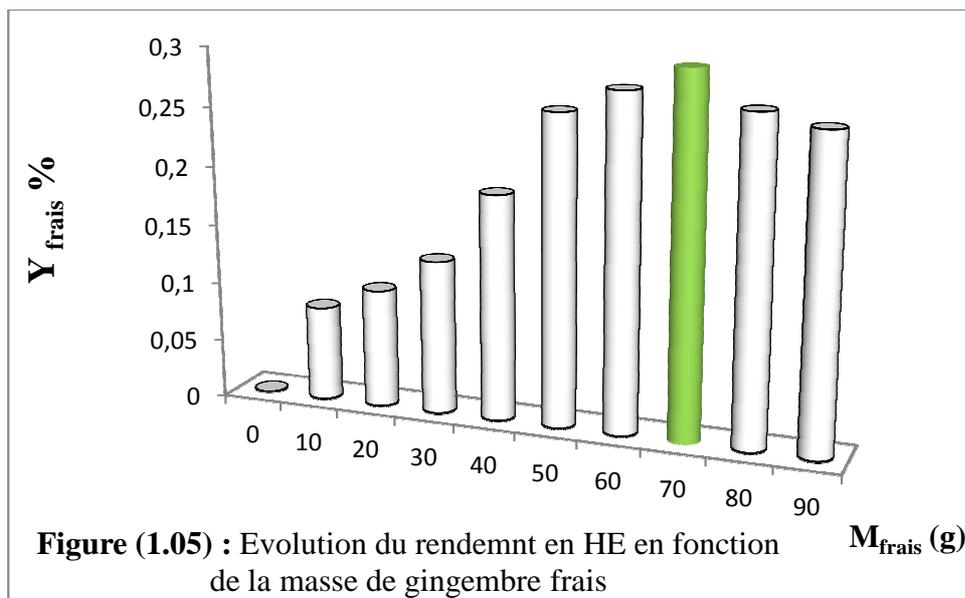
Temps d'extraction : 3h

Taux d'humidité : 95%

Masse de gingembre frais variable (g) : 10 ; 20 ; 30 ; 40 ; 50 ; 60 ; 70 ; 80 ; 90.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau (1.03) et illustrés par la figure (1.05).

<b>Tableau (1.03) : Evolution du rendement d'extraction en huile essentielle en fonction de la masse de gingembre frais</b>										
<b>M<sub>frais</sub> (g)</b>	0	10	20	30	40	50	60	<b>70</b>	80	90
<b>Y<sub>frais</sub> %</b>	0	0,08	0,1	0,13	0,19	0,26	0,28	<b>0,3</b>	0,27	0,26



Comme nous l'avons déjà mentionné précédemment, plus nous augmentons la charge de gingembre plus le rendement d'extrait augmente jusqu'à la masse optimale 70g, puis il diminue.

- **Influence du temps d'extraction sur le rendement en l'huile essentielle**

Les essais sont effectués dans les conditions opératoires suivantes :

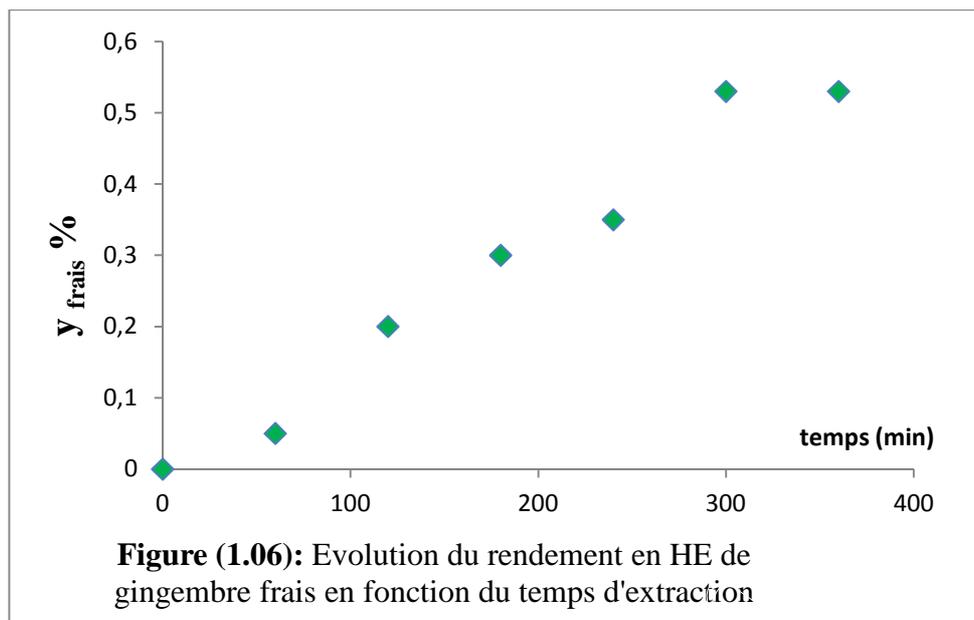
Masse de matière végétale : 70 g.

Taux d'humidité : 93% à 91%.

Durées d'extraction variable (min) : 60 ; 120 ; 180 ; 240 ; 300 ; 360.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau (1.04) et illustrés par la figure (1.06).

Temps (min)	0	60	120	180	240	300	360
Y <sub>frais</sub> %	0	0,05	0,2	0,3	0,35	<b>0,53</b>	0,53



Nous pouvons observer que le rendement atteint un maximum après 5h de temps d'entraînement, puis il se stabilise.

L'évolution des rendements en fonction du temps peut se diviser en trois étapes :

- Dans une première étape, nous observons un palier pour un rendement nul, correspondant à la phase de chauffage de la matrice.
- La seconde étape, correspond à un saut plus ou moins marqué. Elle concerne l'extraction de l'huile essentielle située sous la membrane externe par phénomène de diffusion de l'huile essentielle à partir des dépôts exogènes de gingembre.
- La troisième partie, pendant la quatrième heure où l'extraction de l'huile essentielle serait due au phénomène d'osmose de l'huile essentielle à partir des dépôts endogène de gingembre.

o De plus nous pouvons observer des durées d'extraction variant considérablement entre le gingembre frais à 5 heures, et le gingembre sec gris à 2 heures. Car, comme nous l'avons déjà mentionné au chapitre (I-4), les rhizomes destinés à préparer du gingembre sec ou en poudre sont récoltés à maturité (9 à 10 mois) <sup>(38)</sup>. Cela empêche la formation de l'huile essentielle fortement liée à la matrice végétale, ce qui se traduit par la courte durée d'extraction (2 heures). Par contre, le gingembre frais termine leur cycle végétatif, donc la formation complète de l'huile essentielle interne, ce qui se traduit par la longue durée d'extraction (5 heures).

C'est pour cela que nous avons décidé d'utiliser le gingembre gris pour la suite de nos travaux.

**d) Gingembre sec blanc**

Les mêmes manipulations réalisées précédemment sont reprises avec le gingembre sec blanc.

Les résultats obtenus donnent, des rendements d'extraction variant considérablement entre le gingembre blanc (2,24%), et le gingembre gris (4,04%).

Comme nous l'avons déjà mentionné, au chapitre (I-4), le gingembre blanc subit des prétraitements après sa récolte tels que le lavage, l'épluchage et le séchage au soleil, par contre le gingembre gris, non pelé est séché à l'air libre. Ces transformations intervenant lors de l'exploitation du gingembre depuis sa collecte jusqu'à sa transformation contribuent à la variation du rendement.

**Conclusion :**

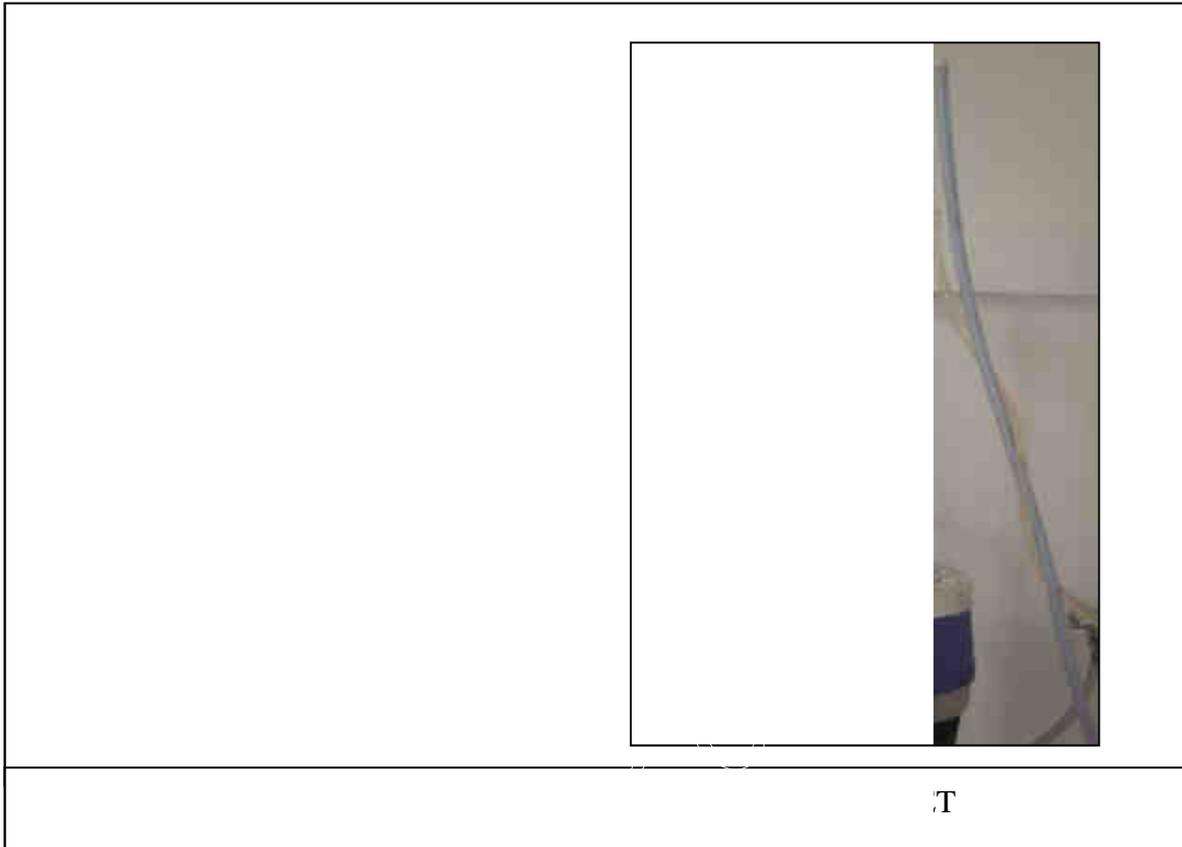
► La durée d'extraction est un paramètre très important dans le procédé d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau. Elle fournit des informations sur la localisation de l'huile essentielle à l'intérieur de la matière végétale. Ainsi, les matières dans lesquelles l'huile essentielle est située dans les glandes exogènes auront un temps d'extraction relativement court, tandis que les plantes dans lesquelles l'huile essentielle est située dans des glandes endogènes auront un temps d'extraction plus long.

► Les résultats nous montrent aussi, que la majorité des cellules sécrétrices de gingembre, sont en partie localisées directement sous la couche subéreuse la plus externe.

**II-1.1.2. Extraction par solvant volatil****a) Description de l'installation:**

Le schéma du montage utilisé pour l'extraction par solvant volatil (Extracteur de Soxhlet) est présenté sur la figure (1.07).

Le Soxhlet, d'une capacité 150 ml, se compose d'un corps en verre (4), d'un tube siphon (6-7) et d'un tube d'adduction (3). Dans ce montage, l'extracteur est placé sur un ballon de 500 ml (2) contenant le solvant d'extraction (1). Dans l'extracteur est insérée une cartouche en papier-filtre épaisse (5) dans laquelle est placé le gingembre ; puis un réfrigérant (9-10-11) est adapté au-dessus de l'extracteur.



T

- **Influence de la charge de la matière végétale sur le rendement en oléorésine**

Dans cette partie, nous avons effectué sept essais de masses différentes de gingembre sec pour déterminer le meilleur rendement en oléorésine. Ces essais sont effectués dans les conditions opératoires suivantes :

Solvant utilisé : éther de pétrole ;

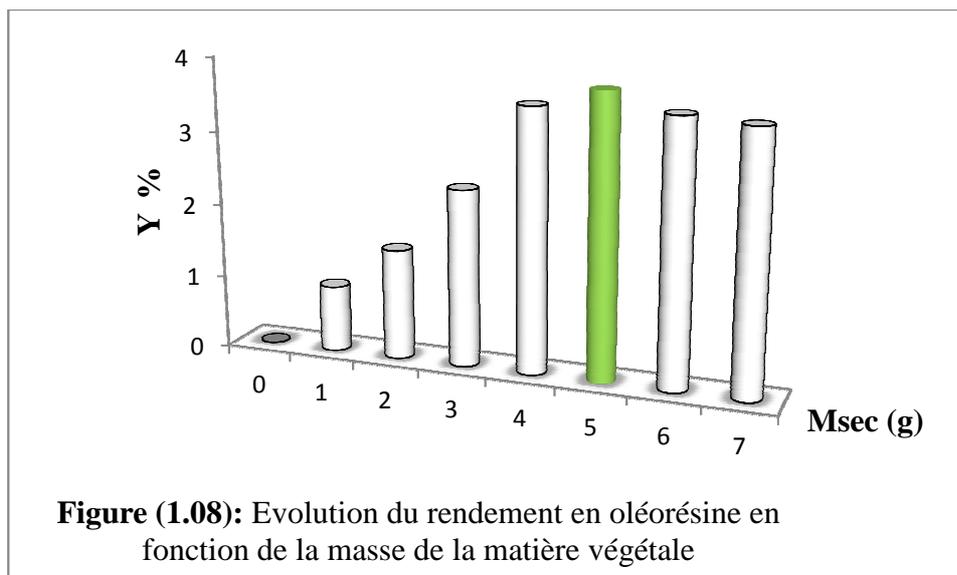
Volume du solvant : 170 ml ;

Temps d'extraction : 1 heure ;

Masse de gingembre sec variable (g) : 1, 2, 3 ; 4 ; 5 ; 6 ; 7.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau (1.05) et illustrés par la figure (1.08)

<b>Tableau (1.05) : Influence de la masse de la matière végétale sur le rendement</b>								
<b>Msec (g)</b>	0	1	2	3	4	<b>5</b>	6	7
<b>Y %</b>	0	0,9	1,5	2,4	3,55	<b>3,8</b>	3,55	3,48



On constate que le meilleur rendement est obtenu pour une masse de 5 grammes de gingembre gris.

Nous pouvons observer aussi que plus nous augmentons la charge de gingembre plus le rendement en oléorésine augmente jusqu'à atteindre 5 g, valeur qui correspond à la masse optimale, au-delà de cette masse, le rendement diminue.

Cette masse donne un rendement optimal en oléorésine puisque le lit des particules est expansé et l'écoulement du solvant est facilité. Ce qui permet un meilleur contact entre le gingembre et le solvant, dans le but d'augmenter la quantité d'extrait.

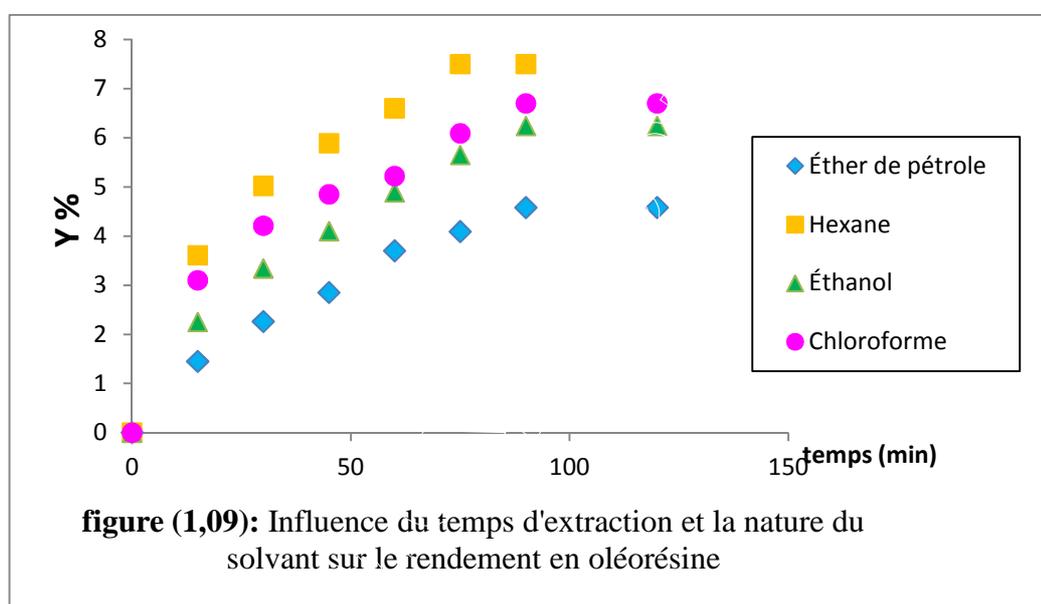
Par contre, le rendement en oléorésine diminue au-delà de cette masse optimale. Cela est dû au tassement des particules de gingembre à l'intérieur de la cartouche qui obstrue la circulation du solvant; il faut donc éviter de tasser ou de trop charger l'extracteur.

- **Influence du temps d'extraction et la nature du solvant sur le rendement en oléorésine**

Une quantité de 5g de gingembre est soumise à une extraction à l'hexane, l'éther de pétrole, au chloroforme et à l'éthanol. L'opération est réalisée dans des conditions opératoires identiques à savoir un volume du solvant de 170 ml, et une température de refroidissement maintenue à 5°C.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau (1.06) et illustrés par la figure (1.09).

Temps (min)		0	15	30	45	60	75	90	120
Y %	Éther de pétrole	0	1,45	2,26	2,85	3,7	4,09	4,58	4,58
	Hexane	0	3,61	5,02	5,89	6,6	7,5	7,5	-
	Éthanol	0	2,25	3,34	4,10	4,89	5,65	6,24	6,24
	Chloroforme	0	3,1	4,21	4,85	5,22	6,09	6,7	6,7



L'analyse du rendement de ces extractions (figure 1.09) montre que l'hexane est le meilleur solvant du point de vue quantitatif et cinétique, suivi du chloroforme, éthanol, puis l'éther de pétrole.

Une bonne quantité d'extrait, peut être expliquée par la faible tension superficielle du solvant qui joue un rôle important dans l'efficacité de pénétration, et à sa faible viscosité qui assure le bon écoulement du solvant dans la matrice végétale.

Pour confirmer le choix du solvant, une analyse par Chromatographie en Phase Gazeuse quantifiant la composition des divers extraits obtenus et permettant d'en dresser une approche comparative est également importante en termes de choix du solvant adéquat à notre étude.

## II-1.2. Extraction par micro-ondes

L'objectif de cette étude est de déterminer l'impact des micro-ondes sur l'extraction des extraits de gingembre. La validation d'une nouvelle méthode d'extraction passant obligatoirement par des essais expérimentaux.

Les extractions assistées par micro-ondes ont été réalisées dans un four micro-ondes a ménagé de type « SAMSUNG », dont les caractéristiques sont les suivantes :

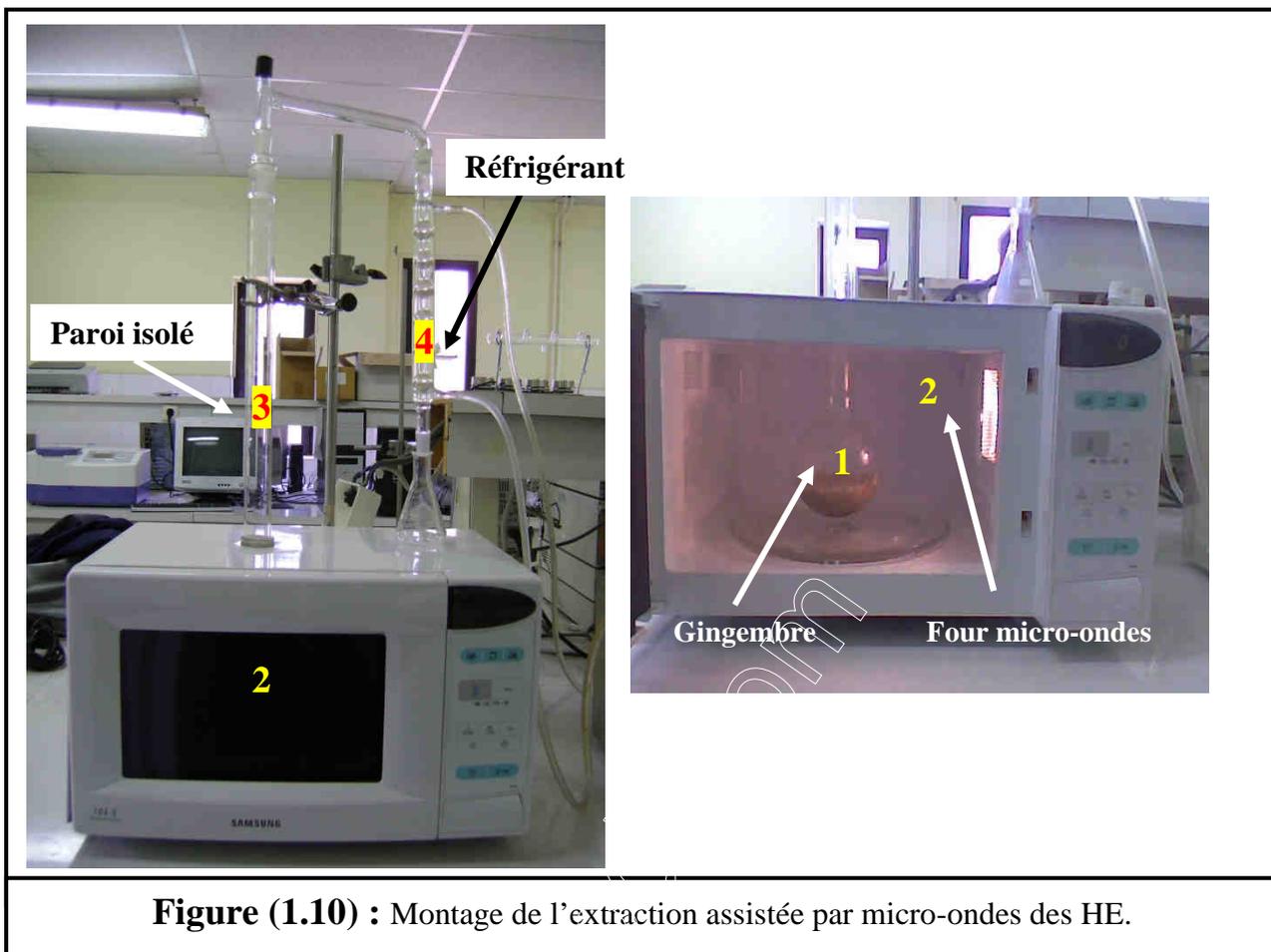
- Cavité multimode, recouverte de PTFE :  $360 \times 211 \times 320$  (mm<sup>3</sup>)
- Puissance micro-ondes : 1150 W
- Puissance de sortie : 100 W à 800 W
- Fréquence de fonctionnement : 2450 MHz

Afin de mettre en place le protocole expérimental et d'optimiser les rendements de l'extraction tout en conservant la qualité des extraits, plusieurs expériences préliminaires ont été menées sur le gingembre sec.

L'efficacité de ce procédé d'extraction dépend essentiellement de trois principaux paramètres opératoires : la puissance de micro-onde, le solvant et le temps d'extraction, qui apparaissent comme étant les facteurs les plus influençant. Les paramètres de réponse que nous avons tout particulièrement considérés dans notre cas sont la cinétique et le rendement d'extraction.

### II-1.2.1. Hydrodistillation assistée par micro-ondes

Le montage élaboré est présenté par la figure (1.10). Il est constitué d'un réacteur (1) placé dans l'enceinte du four micro-ondes (2) surmonté d'une colonne (3) assurant la liaison avec la partie du montage située à l'extérieur de la cavité du four. Le système de condensation des « vapeurs aromatiques » est composé d'un réfrigérant à boules (4), orienté verticalement, afin d'assurer une condensation maximale des vapeurs saturées en molécules aromatiques et d'obtenir un condensât le moins chaud possible pour éviter une dégradation thermique éventuelle des molécules aromatiques composant l'huile essentielle.



**Figure (1.10) :** Montage de l'extraction assistée par micro-ondes des HE.

- **Influence de la puissance et du temps d'extraction sur le rendement en huile essentielles de gingembre sec gris**

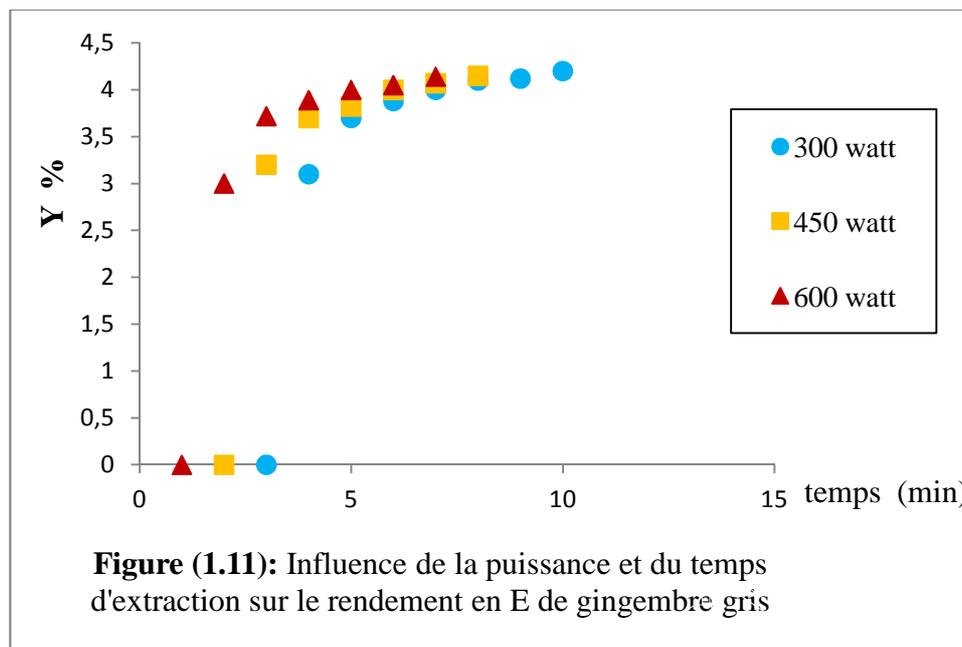
**Conditions opératoires :**

Dans cette partie, on a fait varier la puissance de 300 à 600 Watt, et le temps de traitement entre 1 et 10 min, la masse de gingembre sec est égale à 5 grammes.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau (1.07) et illustrés par la figure (1.11).

**Tableau (1.07) :** Influence de la puissance et du temps d'extraction sur le rendement en HE

Puissance (Watt)	Temps (min)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
300	Y %	-	-	0	2,9	3,7	3,88	4	4,1	4,12	<b>4,2</b>
450		-	0	3,04	3,7	3,82	4	4,07	<b>4,15</b>	-	-
600		0	3	3,72	3,89	4	4,05	<b>4,14</b>	-	-	-



La Figure (1.11) montre que le rendement d'extraction par micro-onde d'huiles essentielles du gingembre sec augmente en fonction du temps et de la puissance d'extraction. Pour une puissance de 300 watt, ce dernier tend vers un palier à partir de 5 minutes avec un rendement de 3,7% pour atteindre un maximum de 4,2 % au bout de 10 minutes de traitement. Nous observons un comportement similaire avec les autres puissances de 450 watt et 600 watt.

Ces allures prouvent que plus la puissance est grande plus le rendement des extraits est important. Ceci peut être expliqué par l'amélioration de la diffusion à haute puissance et à haute température qui cause l'éclatement des cellules sécrétrices. Donc les puissances importantes impliquent des températures importantes par conséquent un transfert de chaleur et de masse plus important.

- Nous avons procédé à l'extraction des huiles essentielles de gingembre frais par micro-ondes, pour une meilleure maîtrise de la qualité de celle-ci. Le rendement obtenu est de 0,496 % dans les conditions suivantes : puissance =450 Watt ; temps d'extraction=15 min ;  $M_{\text{frais}} = 70\text{g}$

### II-1.2.2. Extraction par solvant assistée par micro-ondes

Le montage élaboré est présenté par la figure (1.12), est constitué d'un ballon placé dans l'enceinte du four micro-ondes surmonté d'un réfrigérant à serpentin placé en position verticale, les vapeurs qui se dégagent se condensent et retombent dans le ballon.

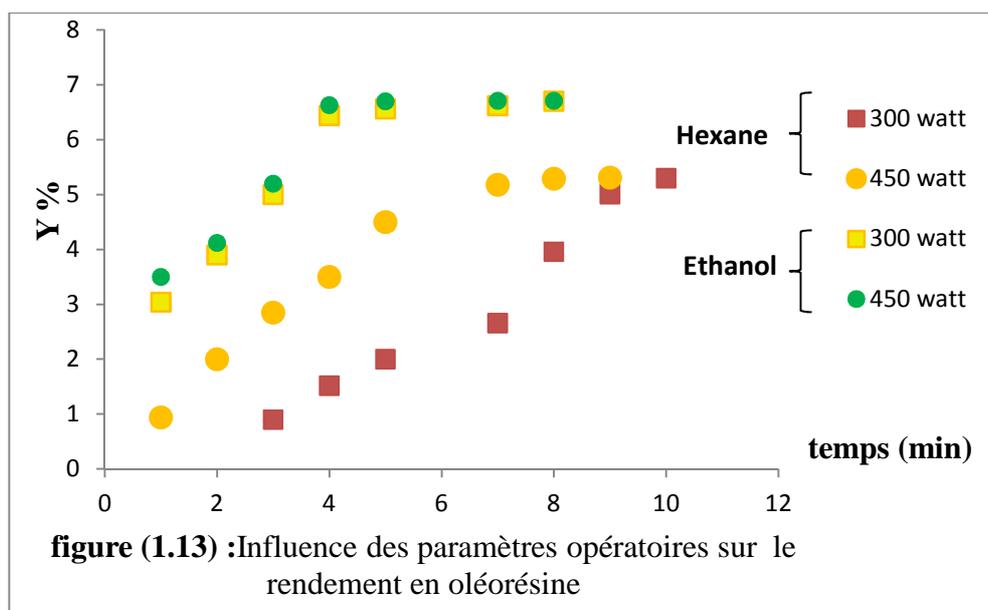


**Figure (1.12) :** Montage de l'extraction assistée par micro-ondes des oléorésines

Dans cette partie, la masse de 5g de gingembre sec sont soumise à une extraction à l'hexane, et à l'éthanol. La puissance variant de 300 à 450 Watt, et le temps de traitement entre 1 et 10 min. On a fixé le volume du solvant à 50ml.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau (1.08) et illustrés par la figure (1.13).

<b>Tableau (1.08) :</b> Influence de la nature des solvants, de la puissance et du temps d'extraction sur le rendement en oléorésine											
<b>solvants</b>	<b>Puissances (Watt)</b>	<b>Temps (min)</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>
<b>hexane</b>	300	<b>Y</b> <b>%</b>	-	-	0,9	1,52	2	2,66	3,96	5,01	<b>5,3</b>
	450		0,94	2	2,85	3,5	4,5	5,18	5,29	5,31	
<b>éthanol</b>	300		3,04	3,9	5	6,44	<b>6,56</b>	6,62	<b>6,7</b>	-	-
	450		3,5	4,12	5,2	6,63	6,7	6,71	6,71	-	-



On observe des rendements d'extraction variant considérablement entre l'extraction par l'hexane, et celle de l'éthanol. Ces variations dans la concentration de l'oléorésine de gingembre ont été observées de la même manière par MandaL et col <sup>(35)</sup>, et sont le résultat de différentes propriétés diélectriques du solvant.

L'éthanol est le solvant qui permet l'obtention du meilleur rendement. Ceci est dû à son importante constante diélectrique ( $\epsilon' = 24,5$ ), qui permet une bonne capacité d'absorption des micro-ondes, donc il se chauffe plus vite et peut améliorer le processus d'extraction. Tandis que l'hexane est transparent aux micro-ondes; Par conséquent, il ne se réchauffe pas sous micro-ondes.

### II-1.3. Influence de la granulométrie

Sachant que le rendement d'extraction est lié en grande partie à la vitesse de diffusion de solvant dans le soluté et que la diffusion a une relation directe avec la taille des particules du soluté, nous avons décidé d'analyser ce paramètre.

L'étude consiste à préparer des échantillons de gingembre avec des particules d'épaisseurs différentes. Pour cela nous avons utilisé un rabot électrique contenant une scie de profondeur entre 0,5 et 3,5 mm pour des particules de faible épaisseur. Pour les grandes épaisseurs, nous avons découpé le gingembre sous forme de petit élément (0,5cm à 2cm). Les échantillons ont subi une extraction par micro-onde sous une puissance de 300 Watt.

Les résultats expérimentaux sont regroupés dans le tableau (1.09) et illustrés par la figure (1.14).

Tableau (1.02) : Influence de broyage sur la cinétique d'extraction d'HE												
Puissance (Watt)	Temps (min)	3	4	5	6	7	8	9	10	13	15	20
Y <sub>sec</sub> %	broyé	0	3,1	3,7	3,88	4	4,1	4,12	<b>4,2</b>	4,2		
	Non broyé	0	0,9	1,5	2,63	2,79	3,45	3,94	4,06	4,14	<b>4,2</b>	4,2

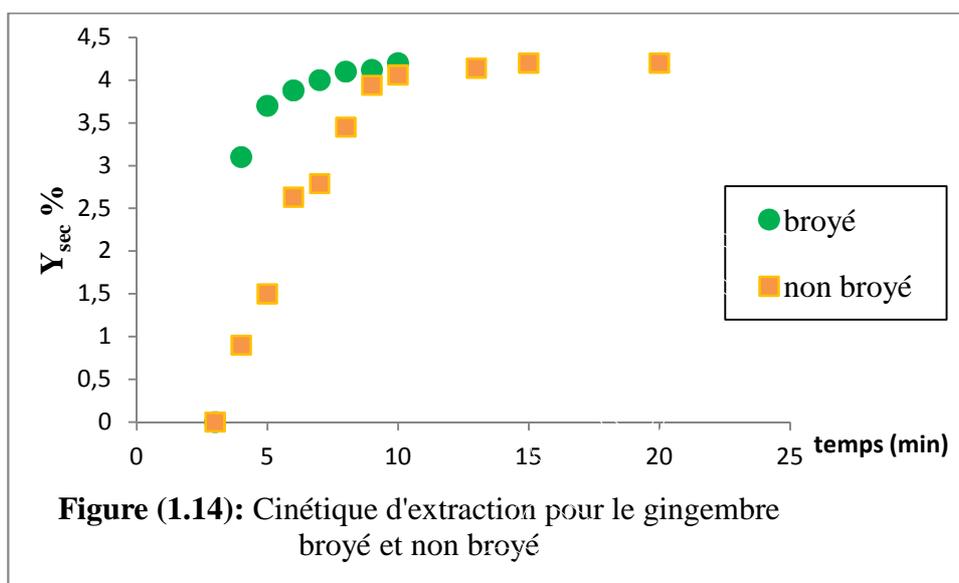


Figure (1.14): Cinétique d'extraction pour le gingembre broyé et non broyé

L'analyse des résultats (figure 1.14) montre que le broyage a une influence importante sur les rendements d'extraction. Ce dernier diminue sous l'effet de l'augmentation de l'épaisseur des rhizomes, ainsi l'extraction devient inefficace.

L'extraction est plus rapide dans le cas du gingembre broyé, car le parcours de diffusion de l'huile essentielle est réduit par rapport au cas du gingembre non broyé et l'aire d'échange est plus grande, ce qui donne un meilleur contact entre la matrice végétale et le solvant. Les particules plus fines permettent aussi d'améliorer la pénétration plus profonde des micro-ondes.

L'un des inconvénients associés à l'utilisation des particules plus fines, est la difficulté de séparation de la matrice au solvant.

# *Chapitre II-2*

*Étude comparative et analytique*

## II-2.1. Nature des saveurs contenues dans le gingembre

La notion de saveur des épices et aromates recouvre l'ensemble des perceptions olfacto-gustatives (odeurs, arômes et saveurs). Ces perceptions résultent de stimuli générés par une multitude de composés organiques. Certains de ces composés sont volatils. Les autres non-volatils sont plus particulièrement responsables de la saveur et de la couleur <sup>(78)</sup>.

Le but de cette partie est de caractériser la saveur de l'huile essentielle et l'oléorésine de gingembre obtenues par les méthodes conventionnelles et par micro-ondes.

Les propriétés organoleptiques des huiles essentielles et des oléorésines obtenus sont réunies dans les tableaux suivant :

**Tableau (2.01) : Propriétés organoleptiques des huiles essentielles de gingembre par les deux méthodes d'extraction EV et MO.**

Matière végétale	Gingembre sec gris		Gingembre frais	
Méthode d'extraction	EV	MO	EV	MO
<b>Aspect</b>	liquide	Liquide	Liquide	Liquide
<b>Odeur</b>	Propre à la matière végétale	Chaud épicé	saveur piquante citronnée	Propre à la matière végétale
<b>Couleur</b>	Jaune pâle	Jaune foncée	Jaune foncé	Jaune foncée

**Tableau (2.02) : Propriétés organoleptiques des oléorésines de gingembre par les deux méthodes d'extraction SOXHLET et MO**

Méthode d'extraction	SOXHLET				MO	
Solvant	Ether de pétrole	Chloroforme	Éthanol	Hexane	Éthanol	Hexane
<b>Aspect</b>	pâteux	pâteux	pâteux	pâteux	pâteux	pâteux
<b>Odeur</b>	Propre à la matière végétale	altéré	âcre citronné	altéré	chaud et pénétrant	altéré
<b>Couleur</b>	Jaune foncée	Marron foncé à noir	Marron foncé	Marron foncé	Marron foncé	Marron foncé à noir

Les paramètres organoleptiques de nos extraits sont en accord avec ceux répertoriés dans les normes FCC (partie I, tableau 4.02).

## II-2.2. Détermination des propriétés physico-chimiques

Les constantes physico-chimiques des extraits de gingembre gris ont été déterminées selon les normes AFNOR sur les huiles essentielles. Les résultats des mesures de densité, d'indice de réfraction, d'indice d'ester, et d'indice d'acide sont regroupés dans le tableau ci-dessous :

<b>Tableau (2.03) : Principales propriétés physico-chimiques de gingembre</b>				
<b>Nature d'extrait</b>	<b>Huile essentielle (HE)</b>		<b>Oléorésine (OL)*</b>	
<b>Méthode d'extraction</b>	<b>EV</b>	<b>MO</b>	<b>SOXHLET</b>	<b>MO</b>
<b>Densité à 20°C</b>	0,880	0,889	0,891	0,898
<b>Indice de réfraction (IR)</b>	1,488	1,492	1,415	1,423
<b>Indice d'ester (IE)</b>	14,579	13,754	16,512	16,500
<b>Indice d'acide (IA)</b>	1, 642	1, 512	9,325	9,311

\* : oléorésine obtenue par l'utilisation de l'éthanol.

A partir des valeurs présentées dans le tableau (2.03), on constate que :

- ▶ Les densités ont des valeurs relativement proches quel que soit son mode d'extraction.
- ▶ L'indice de réfraction des extraits obtenus par MO sont légèrement inférieurs à celui obtenu par les méthodes classiques. Ceci peut être dû à la composition des fractions contenant plus particulièrement des composés volatils, l'indice de réfraction variant essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé pour certains auteurs <sup>(76)</sup>, le faible indice de réfraction d'extrait indique sa faible réfraction de la lumière ce qui pourrait favoriser son utilisation dans le produits cosmétiques.
- ▶ L'indice d'ester et d'acide des extraits obtenus par les méthodes classiques sont légèrement supérieurs à ceux obtenus par MO. Or un IE élevé est le garant de la qualité d'une fraction. L'indice de réfraction inférieur à 2, est une preuve de bonne conservation d'une HE <sup>(76)</sup>.

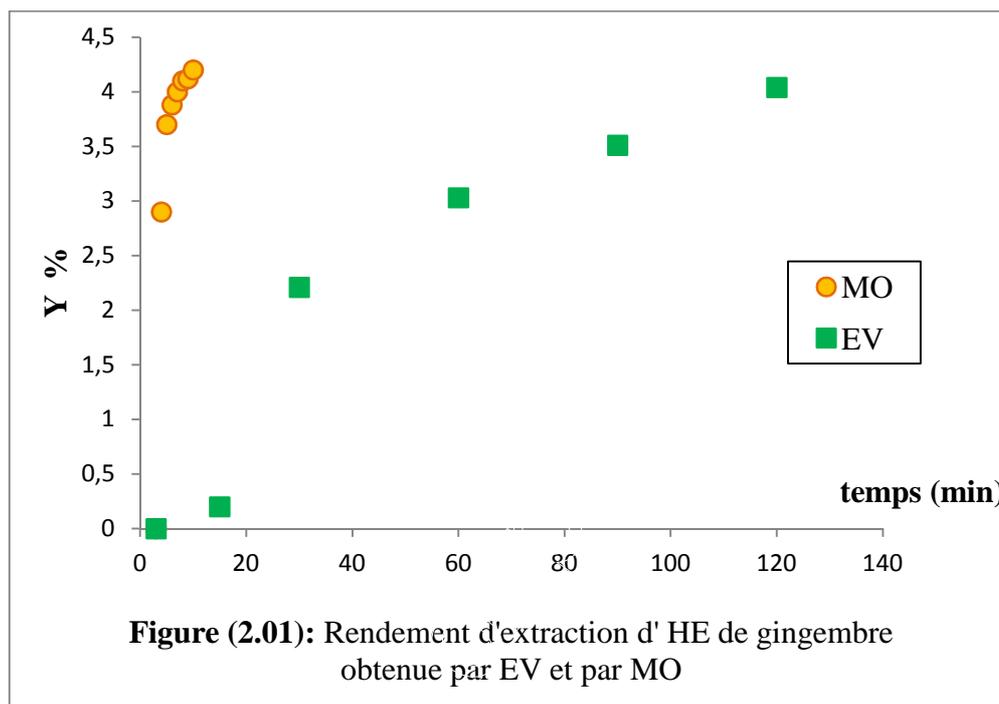
Les analyses physico-chimiques permettent difficilement de déterminer laquelle des deux méthodes étudiées est la meilleure. Le rendement le plus important en huile essentielle est effectivement un facteur important pour les producteurs qui verront leurs gains augmenter.

Par exemple, un faible indice d'ester ou un meilleur indice de réfraction ne représentent pour eux, par contre, aucun avantage, ni financier, ni technique. Cela intéresserait bien plus les importateurs. Il sera donc primordial de déterminer le profil chromatographique de l'essence aromatique.

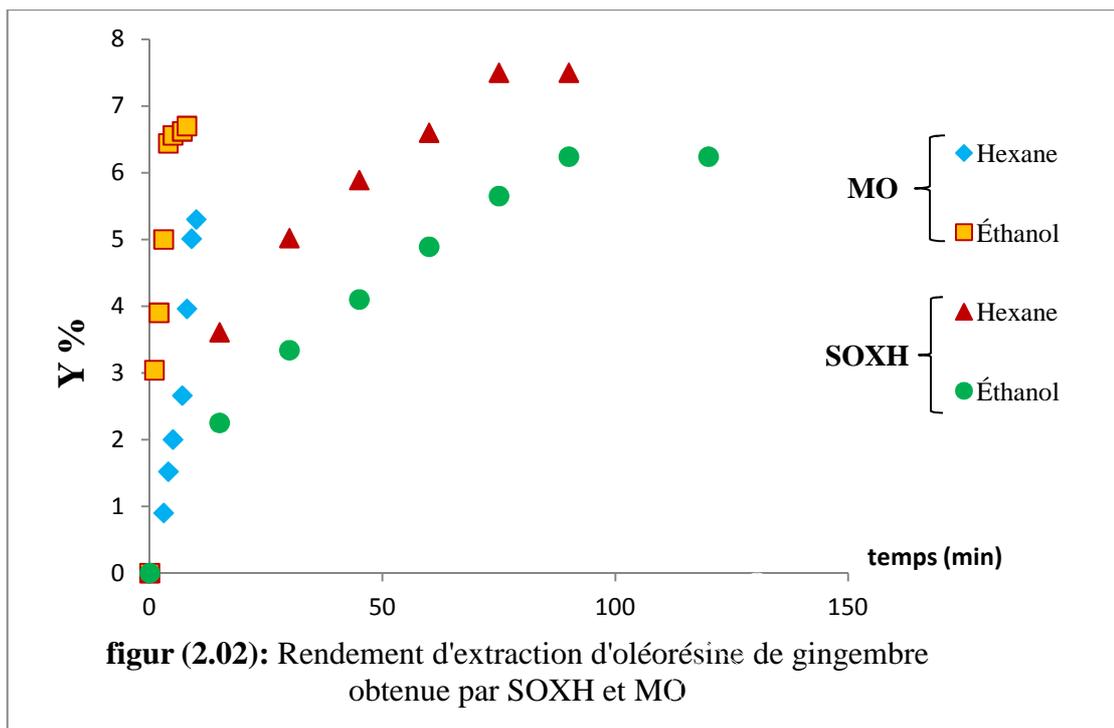
### II-2.3. Cinétique d'extraction

Dans les conditions optimales que nous avons pu déterminer à l'aide des expériences précédentes, nous avons suivi la cinétique d'extraction des extraits de gingembre par MO et nous l'avons comparé à celle obtenue par EV et par SOXHLET.

Les figures (2.01 et 2.02) ci-dessous illustrent l'évolution du rendement en huile essentielle et l'oléorésine respectivement, pour les deux techniques.



D'après les résultats obtenus, nous pouvons dire que l'opération d'extraction de l'huile essentielle de gingembre par MO a permis d'obtenir un rendement légèrement supérieur en un temps d'extraction plus court à celui obtenu par EV (tableau 2.04). Ces résultats sont d'autant plus intéressants que la durée d'extraction par micro-ondes n'excède pas 10 minutes alors que l'entraînement à la vapeur nécessite douze fois plus de temps, soit 120 minutes pour épuiser l'huile essentielle de la plante.



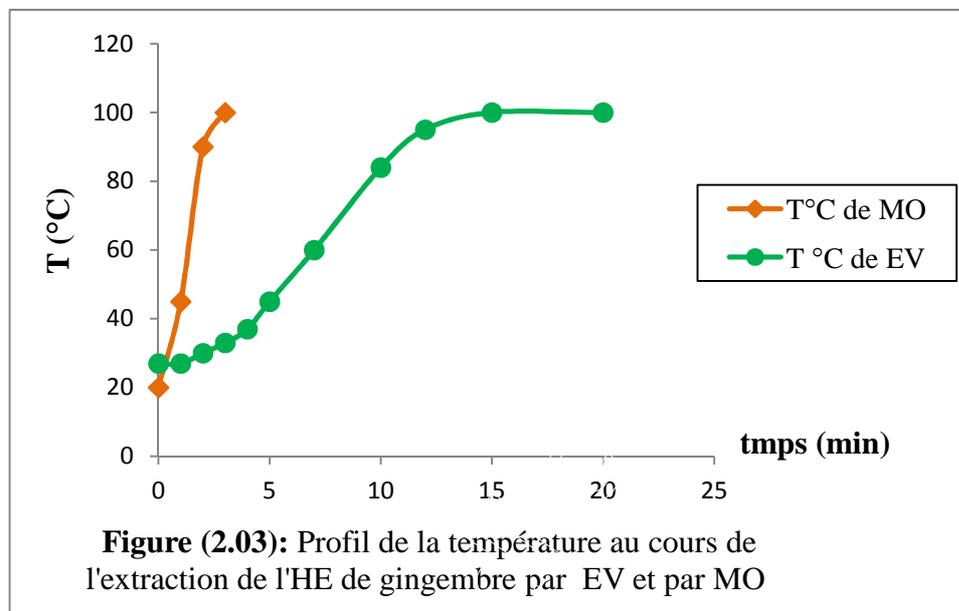
Dans le cas d'oléorésine, l'extraction par MO a permis d'obtenir le meilleur temps d'extraction avec des rendements différents de ceux obtenus par SOXHLET. Ces différences prouvent que les propriétés physico-chimiques et diélectriques du solvant jouent un rôle important dans l'extraction d'oléorésine.

On s'aperçoit très clairement, que l'éthanol est un bon absorbeur de l'énergie de micro-ondes ( $\epsilon' = 25,7$ ), mais non un bon extracteur par SOXHLET (viscosité = 1194Pa.s). Par contre, l'hexane est un bon extracteur par SOXHLET (viscosité = 321Pa.s), mais non un bon absorbeur de l'énergie de micro-ondes ( $\epsilon' = 1,9$ ).

Tableau (2.04) : Rendement des extraits de gingembre par les deux méthodes						
L'extrait	Huile essentielle		Oléorésine			
Méthode d'extraction	EV	MO	SOXHLET		MO	
Le solvant	H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	Éthanol	Hexane	Éthanol	Hexane
Temps d'extraction (min)	120	10	90	75	8	10
Y %	4,04	4,2	6,24	7,5	6,7	5,3

### II-2.4. Analyse thermique (variation de température)

Dans le but de mieux comprendre la rapidité de l'extraction par MO en comparaison à celle de l'EV, l'évolution temporelle de la température au sein du réacteur a été étudiée. Les résultats sont présentés graphiquement à travers la figure (2.03)



On remarque que l'extraction s'effectue en deux étapes de durée différente :

► **L'étape de chauffage :** traduit l'augmentation de la température au sein du ballon jusqu'à la température de distillation sensiblement égale à la température d'ébullition de l'eau. Cette période de chauffage est toujours de l'ordre de 2 minutes pour l'extraction par MO et de l'ordre de 15 minutes pour EV, dans les conditions optimales.

► **L'étape d'extraction proprement dite :** (durant laquelle les molécules aromatiques sont effectivement distillées). Cette période de chauffage est toujours de l'ordre de 8 min pour MO et de l'ordre de 105 min pour EV, et elle se traduit par un palier de température situé au niveau de la température de distillation (100°C).

Il est clair que l'augmentation de la température avec le procédé innovant par MO explique en partie la cinétique d'extraction rapide obtenue, comparativement au procédé classique par EV. On constate que le stress thermique sévère lié aux micro-ondes est provoqué essentiellement au niveau des glandes contenant l'huile essentielle lequel, est à l'origine de cette cinétique rapide, puisqu'il peut causer l'augmentation de la pression interne dans les glandes. Quand cette pression dépasse une valeur limite, la capacité d'expansion maximale des glandes, est atteinte et elles d'éclatent.

## II-2.5. Composition des extraits

L'analyse chromatographique a un impact qualitatif en vue de déterminer la nature et la composition de chaque extrait dans le cas chacune des méthodes d'extraction. Il s'agit de procéder à l'analyse des extraits par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC/MS).

L'analyse par GC/MS a été effectuée au niveau du laboratoire de gisement au Centre de Recherche et Développement (CRD) de Sonatrach de Boumerdès.

Chaque extrait a été analysé par un chromatographe Agilent HP 6890 équipé d'une colonne capillaire, et couplé à un spectromètre de masse Agilent 5973 HP.

Les conditions opératoires sont détaillées dans le tableau suivant :

<b>Tableau (2.05) : Conditions opératoires des analyses en GC/MS</b>	
<b>Paramètres</b>	
<b>Courant d'ionisation</b>	70eV
<b>Colonne capillaire :</b> Longueur Diamètre interne Épaisseur de phase	25 m 0,2 mm 0,33µm
<b>Gaz vecteur</b> Débit	<b>Hélium</b> 1ml/min
<b>Température de l'injecteur</b> <b>Température de l'interface</b> <b>Température de la source</b>	280°C 280°C 230°C
<b>Programmation de température</b>	35°C en isotherme pendant 5min on augmente la température à raison de 6 °C /min jusqu' 250°C.
<b>La pression en tête de colonne</b>	15 psi
<b>Concentration des échantillons</b>	pur
<b>Quantité injectée</b>	0,2µl
<b>Mode d'injection</b>	Split 1 : 20
<b>Logiciel</b>	Chemstation

### i. Composition des huiles essentielles

Les analyses par GC/MS des huiles essentielles de gingembre obtenues par le système classique d'entraînement à la vapeur d'eau, et par la nouvelle technique d'extraction par MO, nous ont permis de déterminer les profils chromatographiques, d'identifier les différents constituants et de mesurer leurs concentrations dans les fractions volatiles à analyser. Les résultats obtenus, pour chaque méthode, sont représentés par les chromatogrammes suivants :

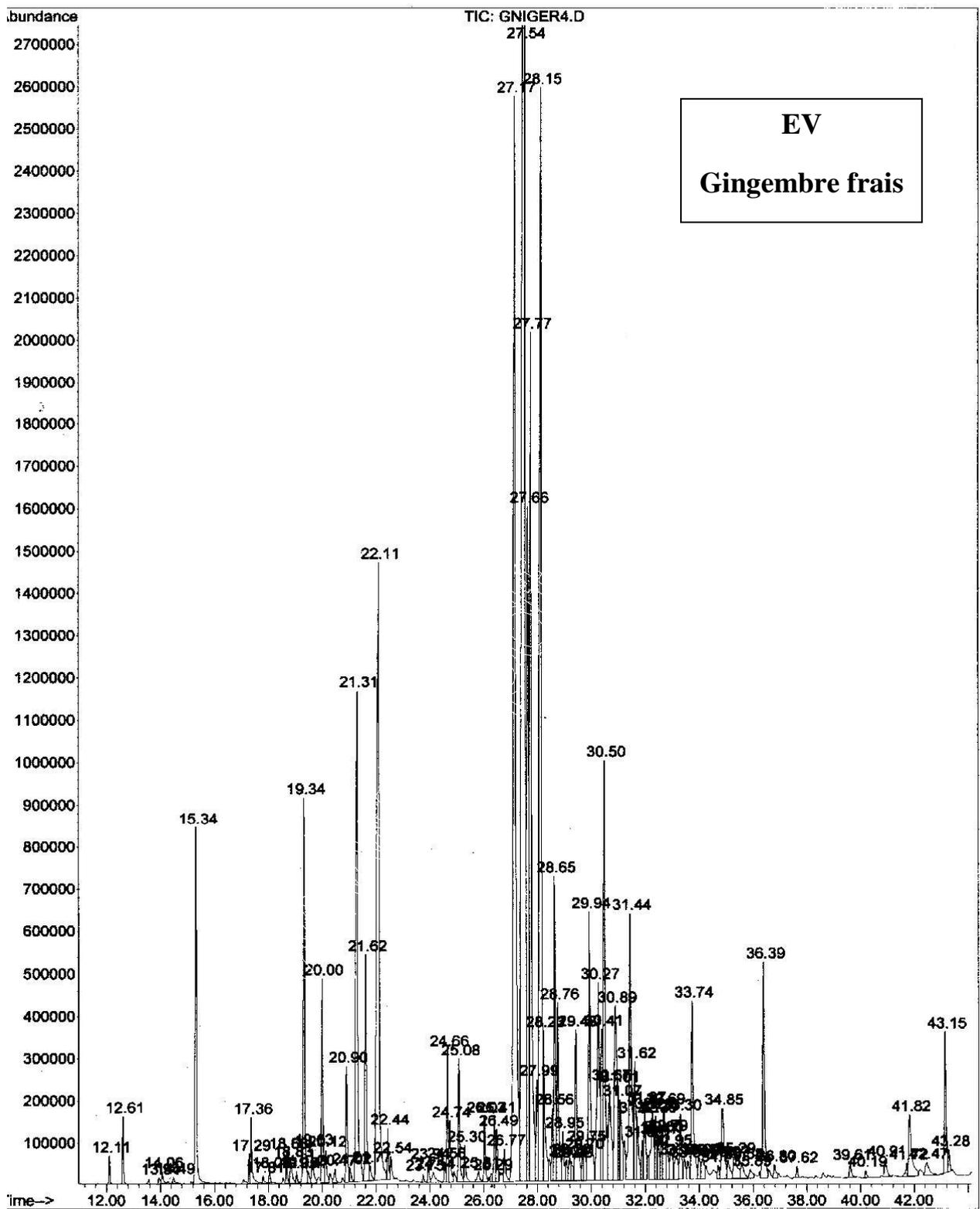


Figure (2.04.a) : Chromatogramme de l'huile essentielle de gingembre frais obtenu par EV

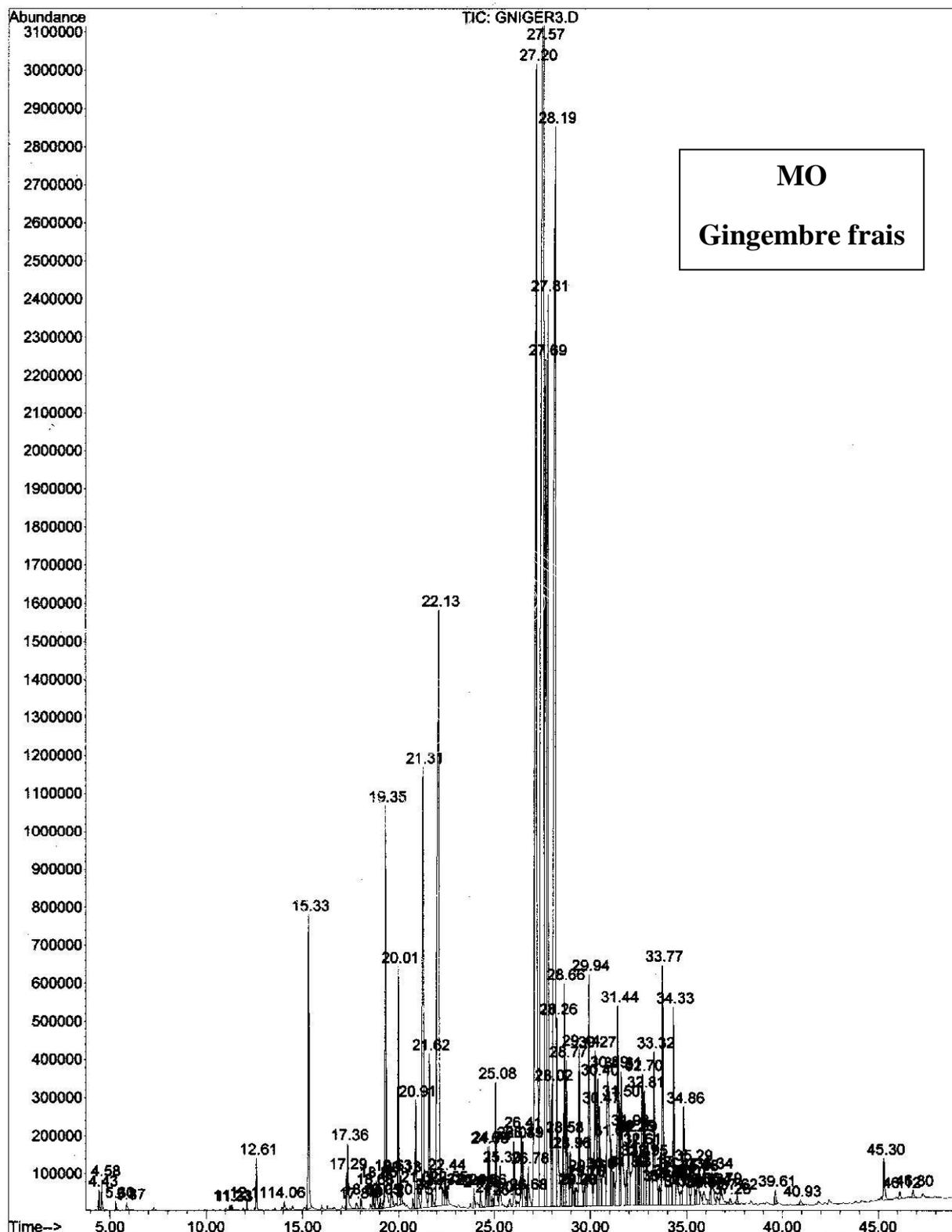


Figure (2.04.b) : Chromatogramme de l'huile essentielle de gingembre frais obtenu par MO

Figure (2.05.a) : Chromatogramme de l'huile essentielle de gingembre sec obtenu par EV.

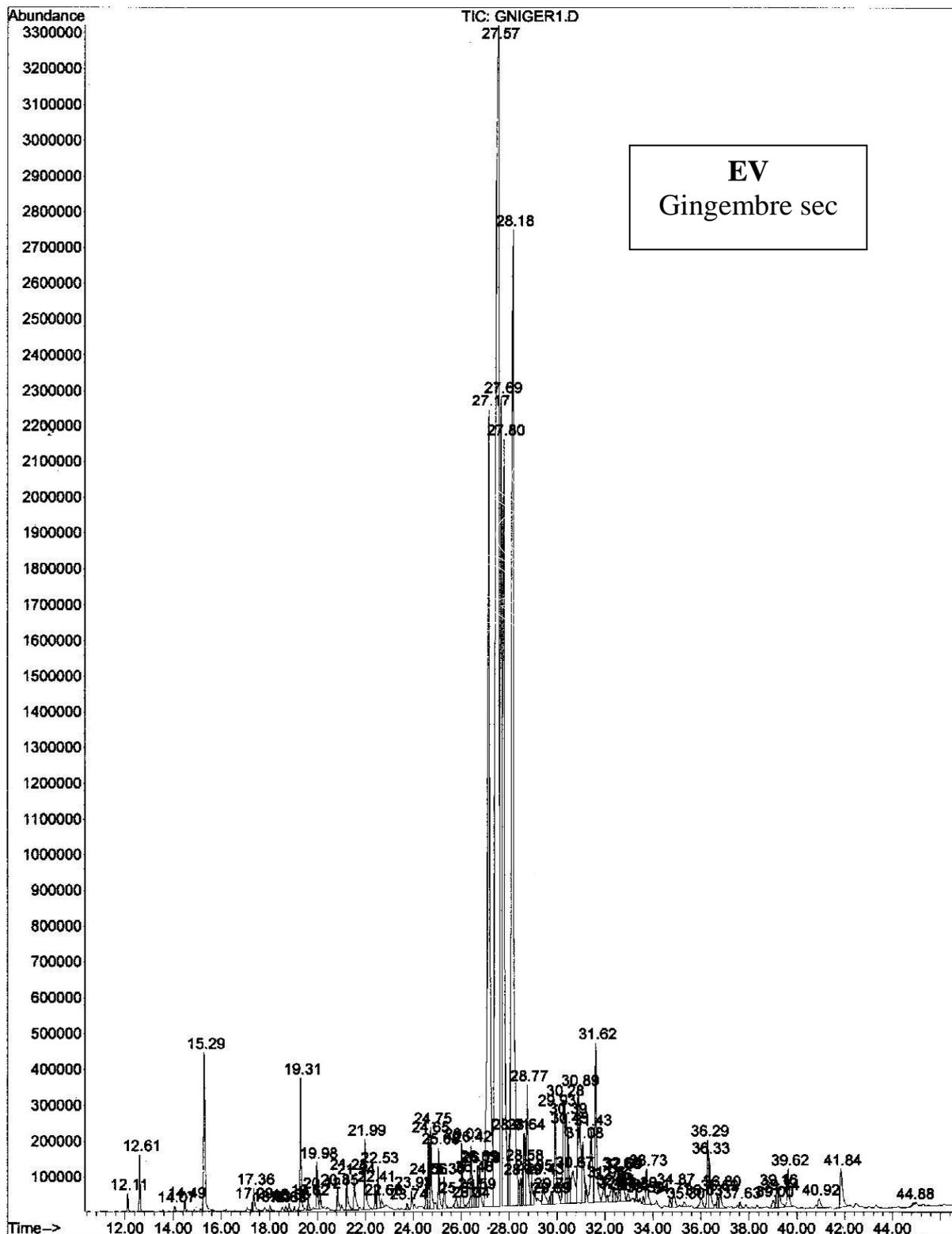
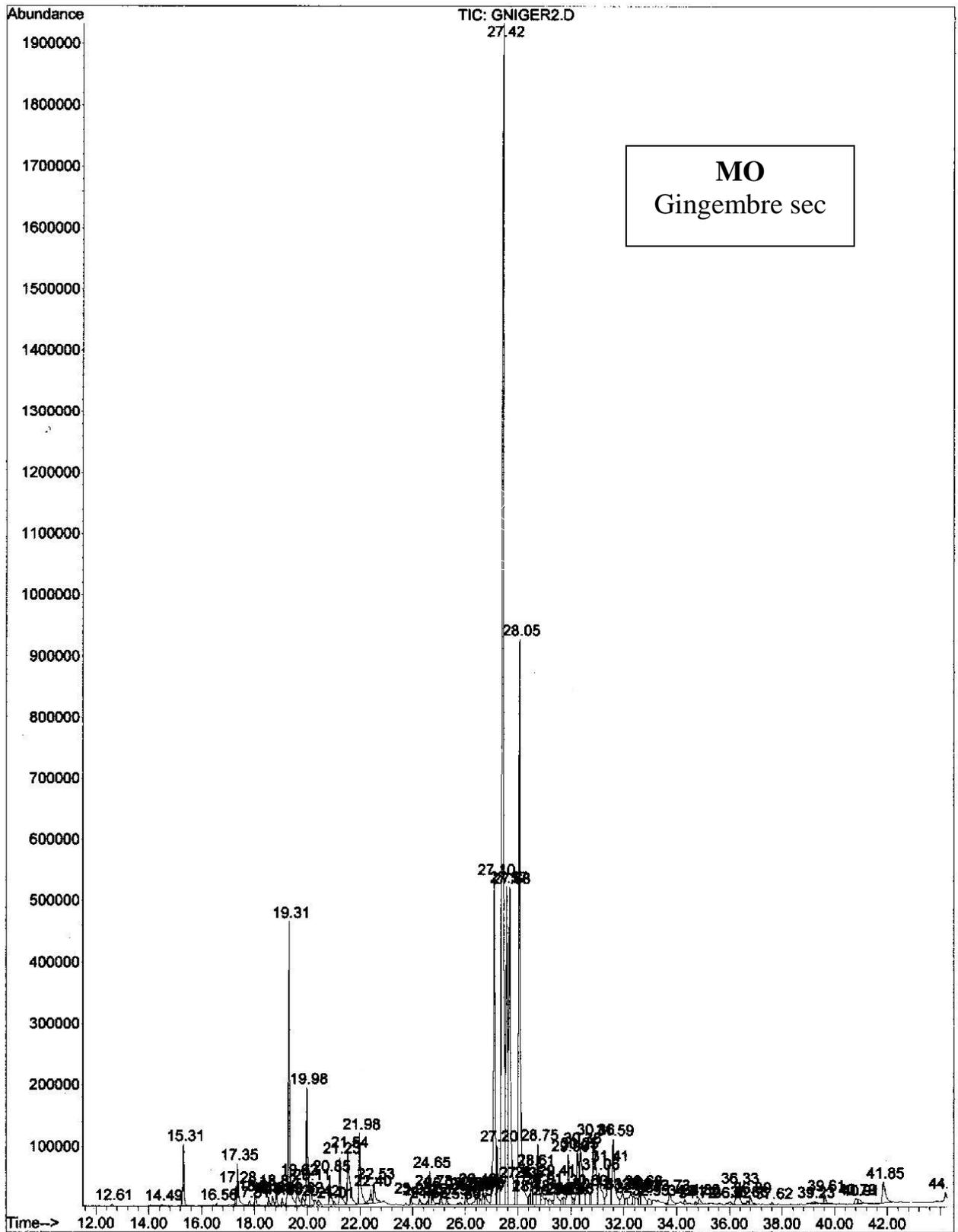


Figure (2.05.b) : Chromatogrammes de l'huile essentielle de gingembre sec par MO.



<b>Tableau (2.06) : Composition qualitative et quantitative de chacune des quatre huiles essentielles extraites par les deux méthodes : EV et MO.</b>				
<b>Composés</b>	<b>Extraction par EV (%)</b>		<b>Extraction par MO (%)</b>	
	<b>Gingembre frais</b>	<b>Gingembre sec</b>	<b>Gingembre frais</b>	<b>Gingembre sec</b>
<b>Monoterpènes</b>	<b>0,43</b>	<b>0,50</b>	<b>0,21</b>	<b>0,07</b>
α-pinène	0,11	0,10	0,03	-
Camphène	0,28	0,33	0,19	0,04
α-phellandrène	0,04	0,07	-	0,03
<b>Monoterpènes oxygénés</b>	<b>16,97</b>	<b>4,27</b>	<b>14,56</b>	<b>12,11</b>
Zineol	2,02	1,52	1,35	0,94
Linalol	0,39	0,22	0,32	0,82
Borneol	2,21	0,87	2,15	4,48
Terpenol	1,08	0,35	1,09	2,00
β-Citral= néral	3,62	-	2,93	-
Carvone	-	0,34	-	0,96
<b>Ink 1</b>	-	0,36	-	1,48
Géranol	1,44	-	0,87	-
α-citral= géranial	6,21	0,61	5,85	1,43
<b>Sesquiterpènes</b>	<b>49,49</b>	<b>69,93</b>	<b>49,60</b>	<b>57,91</b>
Copaène	0,37	0,64	0,29	0,28
curcumène	10,03	11,46	10,25	7,45
<b>zingiberène</b>	<b>18,44</b>	<b>26,04</b>	<b>17,01</b>	<b>24,26</b>
α-farnesène	4,75	8,45	5,26	6,31
β-bisabolène	6,61	9,02	7,07	8,15
β-sesquiphellandrène	9,29	14,32	9,72	11,46
<b>Sesquiterpènes oxygénés</b>	<b>23,34</b>	<b>14,49</b>	<b>17,07</b>	<b>19,76</b>
Elémol	1,81	0,73	1,23	1,01
Nerolidol	1,19	1,31	0,88	1,28
Epi-globulol	3,38	1,45	2,69	1,99
Epi-α-cubenol	1,81	1,31	1,24	1,43
Inconnu 1	0,98	0,85	0,85	1,97
Globulol	2,90	0,76	0,55	1,97
zingiberone	1,04	0,74	0,52	0,59
α-Eudesmol	1,85	2,00	1,73	2,57
Lédol	0,69	0,72	0,48	1,21
α-Bisabolol	2,46	1,02	1,41	1,30
β-cedren-9-α-ol	0,78	1,63	1,21	1,98
Cedren-13-ol-8	0,75	0,25	1,01	0,42
Diepicedrene -1-oxyde	1,38	0,43	1,72	0,40
Inconnu 2	-	-	1,18	0,10
Retinol	1,41	0,55	0,32	0,63
6-paradol	0,17	0,14	0,05	0,15
6-shogaol	0,74	0,60	-	0,76
<b>Composés oxygénés totaux (%)</b>	<b>40,31</b>	<b>18,76</b>	<b>31,63</b>	<b>31,87</b>
<b>Composés non oxygénés totaux(%)</b>	<b>49,92</b>	<b>70,43</b>	<b>49,81</b>	<b>57,98</b>

*Optimisation et comparaison des cinétiques d'extraction des extraits de gingembre par procédés classiques et par micro-ondes*

L'huile essentielle de gingembre sec et frais, qu'elle soit extraite par entraînement à la vapeur ou par micro-ondes, est constituée d'un certain nombre des composés aromatiques identiques.

Deux composés aromatiques parmi ces 35 composés n'ont pas pu être identifiés avec certitude. Au vu de leur spectre de masse, il s'agit des sesquiterpènes oxygénés. Ils porteront par la suite le nom de l'Inconnu 1, et de l'inconnu 2.

Les composés majoritaires de l'huile essentielle de gingembre sont : le Curcumène ; zingiberène ;  $\alpha$ -farnesène ;  $\beta$ -bisabolène ; et le  $\beta$ -sesquiphellandrène ; leur teneur est variable selon que l'huile essentielle sont issue d'une EV ou d'une MO.

Un taux important des hydrocarbures Sesquiterpènes (69,93 % et 57,91 %) dans le gingembre sec extrait respectivement par (EV et MO), ce sont des composés qui possèdent une note olfactive bien caractéristique, chaude et puissante, Parmi lesquels le zingiberène est majoritaire (26,04 % et 24,26 %),

Le  $\beta$ -citral (niral) et le géraniol, à odeur douce ne sont présents que dans le gingembre frais, De ce fait, ils apporteront de façon plus prépondérante une note olfactive d'agrumes fraîche, diffuse à l'huile hydrodistillée.

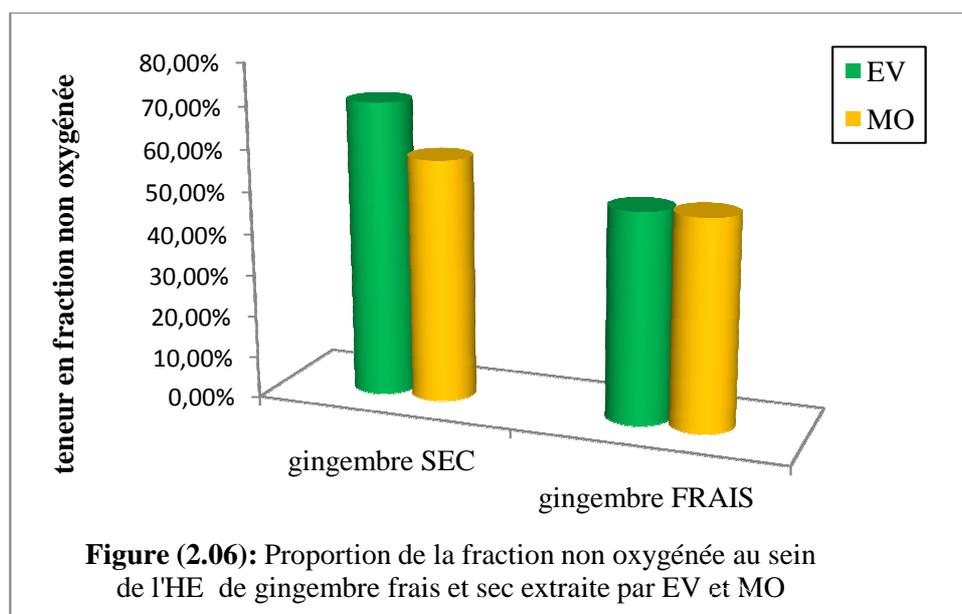
On note néanmoins la présence de  $\alpha$ -citral (géraniol) à très forte odeur de citron dans le gingembre frais parmi les composants majoritaires avec un taux de 6,21 % en EV et 5,85 % en MO, qui ne figure pas dans celui de gingembre sec qu'avec un taux de 0,61 % en EV et 1,42 % en MO.

La molécule nommée « Inconnu 1 », n'est présente que dans l'huile essentielle extraite par micro-ondes, ne représente cependant que (1,18 % et 0,10%) de l'huile essentielle de gingembre frais et sec respectivement.

De même, la fraction non oxygénée représente la fraction la plus puissante dans le gingembre, donc c'est la plus valorisable au niveau médicinal d'une huile essentielle. Il est intéressant pour cette raison de quantifier cette fraction.

L'analyse des résultats (figure 2.06) obtenus montre que le gingembre sec extrait par EV, est l'épice dont l'huile essentielle est la plus riche en composés non oxygénés (70,43 %), suivi du gingembre sec extrait par MO (57,98 %), puis le gingembre frais extrait par EV (49,92%), et finalement le gingembre frais extrait par MO (49,81 %),

Cependant, pour le gingembre sec, la fraction oxygénée est beaucoup plus élevée dans les huiles essentielles obtenues par MO (31,87%) que dans celles extraites par EV (18,76%).

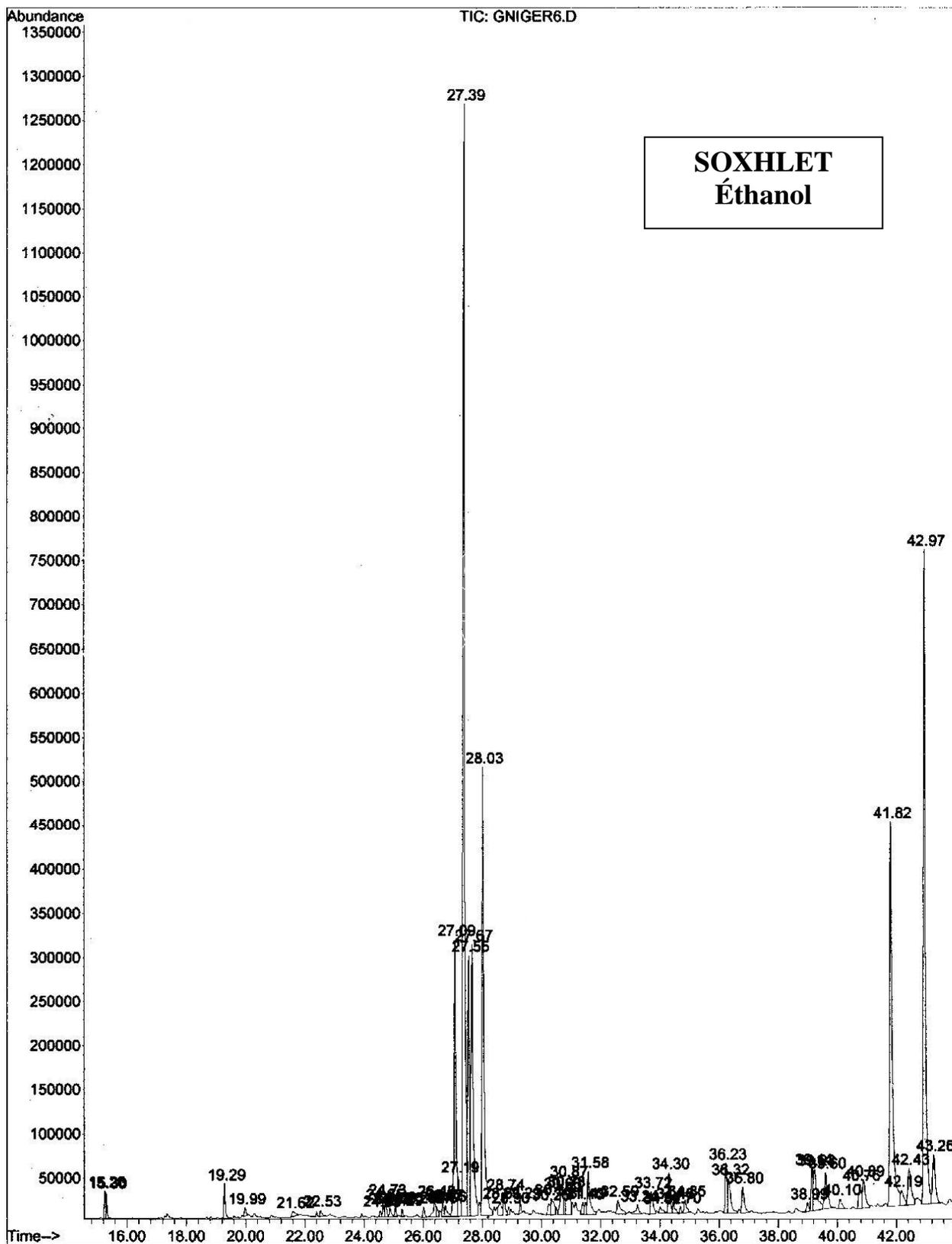


Nous concluons que les huiles essentielles du gingembre sont très riches en hydrocarbures sesquiterpéniques, mais que les proportions en différents composés sesquiterpéniques dépendent de la méthode d'extraction et de la nature du gingembre (frais, sec)

## ii. Composition des oléorésines

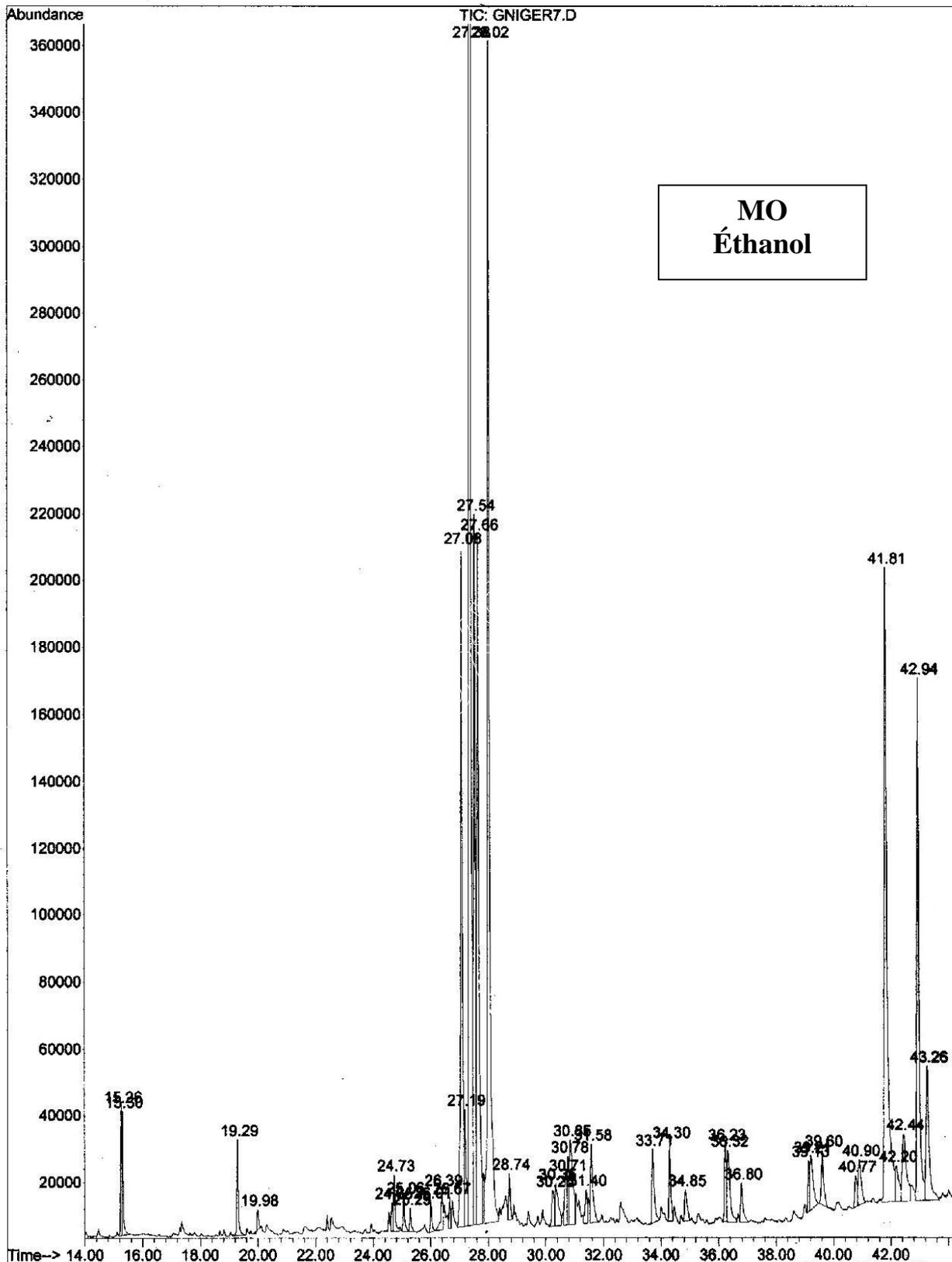
Les résultats de l'identification des constituants des différentes oléorésines de gingembre sont présentés dans le tableau (2.07). Les analyses chromatographiques en phase gazeuse (CPG) couplées à la spectrométrie de masse (SM) ont été effectuées sur une colonne de type polaire Agilent HP.

Figure (2.06.a) : Chromatogrammes d'oléorésine de gingembre sec extrait par l'éthanol, SOXHLET.



Optimisation et comparaison des cinétiques d'extraction des extraits de gingembre par procédés classiques et par micro-ondes

Figure (2.06.b) : Chromatogrammes d'oléorésine de gingembre sec extrait par l'éthanol, MO



Optimisation et comparaison des cinétiques d'extraction des extraits de gingembre par procédés classiques et par micro-ondes

Figure (2.07.a) : Chromatogrammes d'oléorésine de gingembre sec extrait par hexane, SOXHLET.

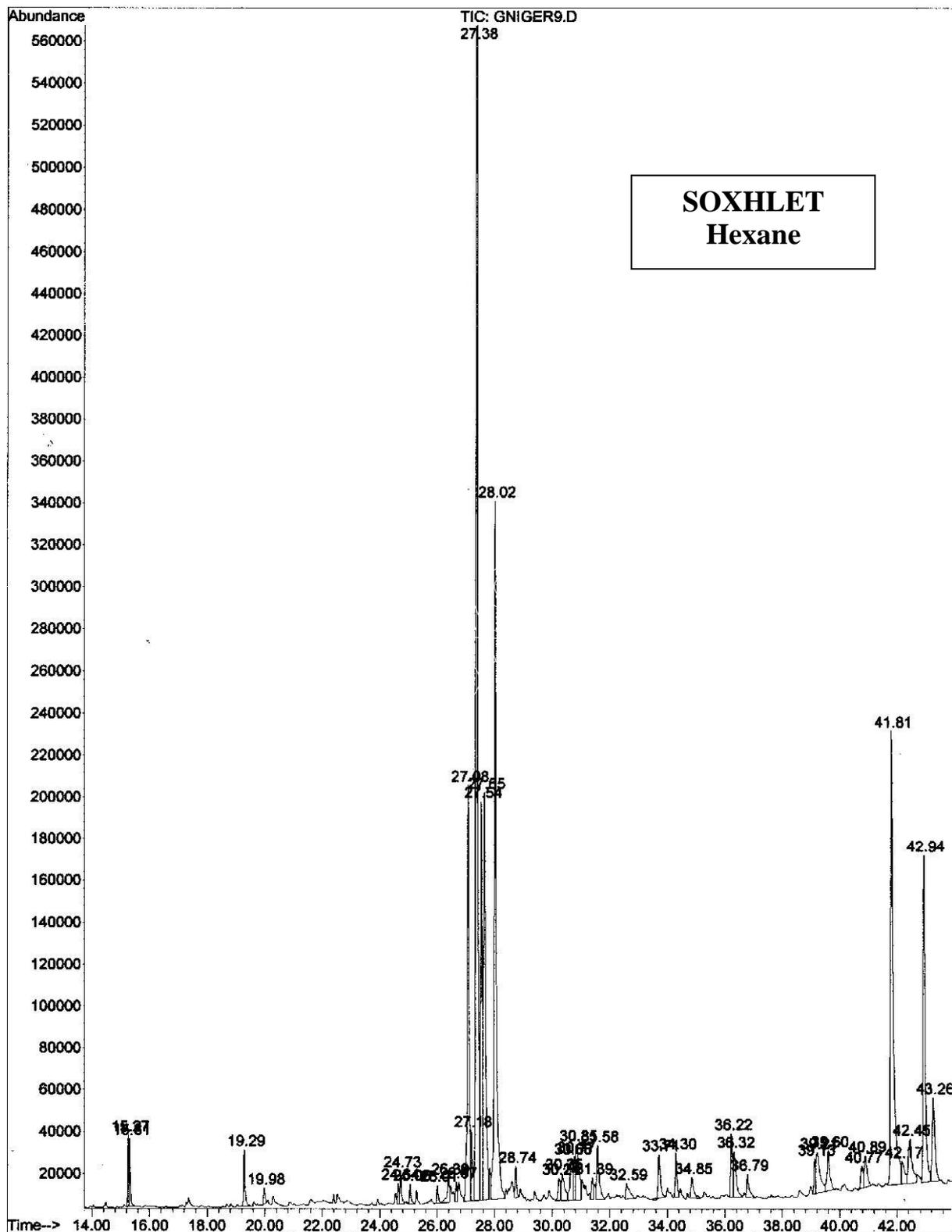
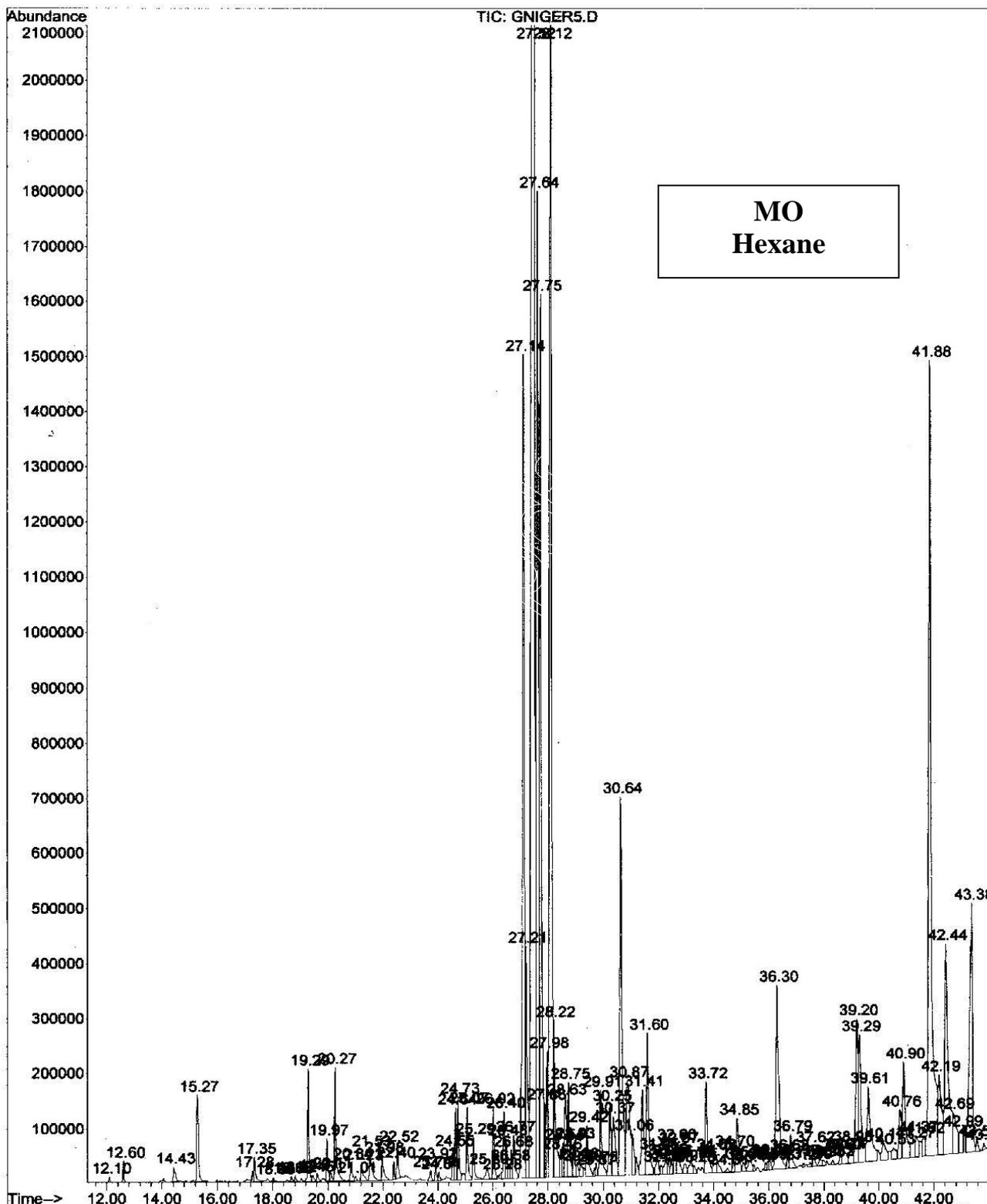


Figure (2.07.b) : Chromatogrammes d'oléorésine de gingembre sec extrait par hexane, MO.



Optimisation et comparaison des cinétiques d'extraction des extraits de gingembre par procédés classiques et par micro-ondes

**Tableau (2.07) :** Composition qualitative et quantitative de chacune des quatre oléorésines extraites par les deux méthodes : SOXHLET et MO.

Composés	SOXH + éthanol (%)	SOXH + hexane (%)	MO + éthanol (%)	MO + hexane (%)
<b>Monoterpènes</b>	-	-	-	<b>0,20</b>
α-pinène	-	-	-	0,02
Camphène	-	-	-	0,08
α-phellandrène	-	-	-	0,10
<b>Monoterpènes oxygénés</b>	<b>1,06</b>	<b>1,53</b>	<b>1,66</b>	<b>1,02</b>
Zineol= 1,8 cinéol	0,37	0,67	0,79	-
Linalol	-	-	-	0,15
Bornéol	0,54	0,66	0,73	0,48
Terpenéol	0,15	0,20	0,14	0,21
α-citral= géranial	-	-	-	0,18
<b>Sesquiterpènes</b>	<b>49,34</b>	<b>56,00</b>	<b>62,43</b>	<b>49,02</b>
α-Copaène	0,31	0,41	0,49	0,50
Curcumène	5,60	6,07	6,51	5,53
β- Copaène	0,84	1,15	1,20	1,63
zingiberène	20,80	23,51	26,42	19,96
α-farnesène	5,24	5,70	6,46	6,46
β-bisabolène	6,96	7,56	8,41	5,65
β-sesquiphellandrène	9,59	11,60	12,94	9,29
<b>Sesquiterpènes oxygénés</b>	<b>39,52</b>	<b>30,46</b>	<b>29,72</b>	<b>27,96</b>
α-cubenol	0,40	-	-	0,60
Nirolidol	0,44	0,41	0,39	0,59
Epi-globulol	-	-	-	0,59
Epi- α-cubenol	0,30	0,44	0,42	0,52
Inconnu 1	0,58	0,73	0,78	0,63
Zingiberon	0,72	1,06	0,62	2,86
α-eudesmol	1,48	1,67	1,65	1,20
α-bisabolol	0,28	0,36	0,31	0,72
β-cedren-9-α-ol	1,22	1,10	0,94	1,05
Inconnu 2	0,82	0,63	0,71	-
Rétinol	1,09	1,18	1,20	1,81
4-gingerol	1,61	1,40	0,99	1,07
4-shogaol	1,15	0,93	0,71	0,94
6-paradol	0,94	0,75	0,73	0,97
6-shogaol	11,03	10,24	9,78	7,52
Méthyle 6-shogaol	0,56	0,64	0,68	0,98
6-gingerdione	1,40	1,42	1,58	2,47
8-paradol	-	-	-	0,56
10-shogaol	13,95	5,67	5,98	0,29
6-gingerol	1,55	1,83	2,25	2,59
<b>Composés oxygénés totaux</b>	<b>40,58</b>	<b>31,99</b>	<b>31,38</b>	<b>28,98</b>
<b>Composés non oxygénés totaux</b>	<b>49,34</b>	<b>56,00</b>	<b>62,43</b>	<b>49,22</b>

Ces résultats confirment que l'hexane est un bon extracteur des composés non oxygénés en utilisant le SOXHLET (56,00%). Par contre, l'éthanol est un bon extracteur des composés non oxygénés par micro ondes (62,43%) et se présente aussi comme un bon extracteur des composés oxygénés par SOXHLET (40,58%) et par micro-ondes (31,38%).

Le zingiberène, et le n-shogaol, sont les deux composés majoritaires de l'oléorésine de gingembre, et leur teneur est variable selon la méthode et le solvant d'extraction.

Les Composés non volatils et piquants du gingembre, se composent principalement de n-gingérols, n-shogaols, n-paradols et zingerone. Ces principes piquants produisent une chaude sensation dans la bouche. Toutefois, le gingérol est thermiquement instable et est facilement converti en shogaol sous haute température.

L'éthanol est un bon extracteur du n-shogaols, et le SOXHLET est une bonne méthode d'extraction de ce dernier (26,13%), au profit de zingiberène avec 26,42 % en MO et seulement 20,80% en SOXHLET.

Le rétinol est la forme active de vitamine A, qui est directement utilisé par le corps. Il est parfois utilisé dans le traitement des acnés sévères. L'hexane est un bon solvant d'extraction de rétinol, et la micro-onde est une bonne méthode d'extraction de ce dernier (1,81%).

Donc, il est impossible d'affirmer qu'un tel ou tel solvant est meilleur. Car, il existe plusieurs paramètres influençant notre choix.

Afin de tenter de donner une explication des phénomènes intervenant lors d'une extraction par micro-ondes au sein de la matrice végétale, les caractéristiques des composés majoritaires de l'isolat de gingembre seront analysées.

La température d'ébullition, le moment dipolaire, la constante diélectrique, la structure, la solubilité dans le solvant et les proportions du **n-shogaol**, et du **zingibérène** molécules principales et majoritaires de l'extrait de gingembre obtenu par micro-onde et par les méthodes classiques (EV et SOXHLET), sont présentés dans le tableau (2.08).

Une question vient naturellement à la lecture de ces tableaux : « Pourquoi obtient-on plus d'hydrocarbures par (MO + éthanol) et (SOXHLET + hexane), et que ces produits ont une température d'ébullition plus basse? »

#### ***Effet de la température :***

Le zingibérène est le composé majoritaire de l'extrait de gingembre, quels que soient la technique et le solvant d'extraction utilisés.

L'extraction par MO se déroule en 10 minutes alors que (l'EV et le SOXHLET) nécessite respectivement au minimum (3 heures et 2 heures). Compte tenu de ces temps, on

---

*Optimisation et comparaison des cinétiques d'extraction des extraits de gingembre par procédés classiques et par micro-ondes*

pourrait imaginer que les composés oxygénés, à point d'ébullition généralement élevé ( $T_{eb}$  shogaol = 427°C) n'auraient pas le temps d'être totalement distillés à partir du système rapide d'extraction assistée par micro-ondes. Donc la majorité des composés extraits seraient supposés être de nature non oxygénée avec des températures d'ébullition plus basse ( $T_{eb}$  zingibérène = 126°C).

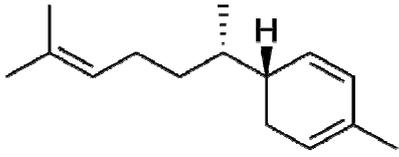
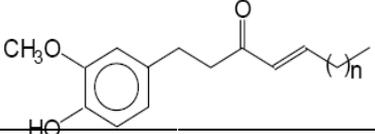
Mais, lors de l'extraction, la quantité des molécules extraites est nettement plus inférieure à la quantité du solvant utilisé, est donc la température d'ébullition du mélange (solvant + composés aromatiques) imposée par la température d'ébullition du solvant (eau, éthanol, hexane), et ne dépend pas de la température d'ébullition des composés de l'extrait.

Donc la différence de composition chimique entre les procédés d'extraction par les méthodes classique et par MO ne peut être imputée uniquement à la température d'ébullition des composés, mais basée aussi sur des phénomènes de solubilité.

L'ensemble de ces résultats est en accord avec ceux proposés par Ferhat et *coll* au cours de l'extraction assistée par micro-ondes (ESSAM) de plusieurs variétés de *C. sinensis*<sup>69</sup>.

#### **Effet de la solubilité des composés et de la polarité du solvant :**

Un taux important de zingibérène (26,42%) dans le gingembre sec qui est extrait par (MO + éthanol) dû à l'absorption rapide de l'éthanol du rayonnement de micro-ondes, ce qui facilite la solubilité de zingibérène dans le solvant. Par contre, pour l'extraction par l'hexane on peut remarquer un taux peu important de zingibérène extrait par MO par rapport à celui extrait par SOXHLET, ceci est dû à la faible absorption de l'hexane du rayonnement de micro-ondes. De plus, la durée d'une extraction par les méthodes classiques (SOXHLET) est importante, donc chaque molécule a du temps pour être distillée quasi totalement, du fait de la courte durée d'extraction par MO. De ce fait, le phénomène d'extraction s'appuiera plus sur la solubilité que sur la température d'ébullition.

<b>Tableau (2.08) : Caractéristique des composés majoritaires de l'extrait de gingembre</b>					
	Structure	Température d'ébullition (normale) °C	Solubilité dans l'éthanol	SOXH %	MO %
<b>Zingibérène</b>		126 - 127	Soluble	<b>20,80</b>	<b>26,42</b>
<b>n-Shogaol</b>		427-428	Soluble	<b>26,13</b>	<b>16,47</b>

# *Chapitre II-3*

*Modélisation et valorisation du  
procédé*

### II-3.1. Modélisation des données cinétiques

Pour mieux comprendre les résultats trouvés, nous allons procéder à la modélisation de la cinétique d'extraction des extraits obtenus par les deux méthodes (classique et micro-onde).

Pour réaliser cette étude, nous devons poser des hypothèses simplificatrices à savoir :

- 1- Aucune réaction chimique n'a lieu lors de l'extraction;
- 2- L'huile essentielle est considérée comme un soluté unique ;
- 3- La pression et température sont maintenues constantes le long du réacteur ;
- 4- Le système se comporte comme un lit fixe dans les trois phases (les particules ne bougent pas durant l'écoulement de la vapeur) ;
- 5- la diffusion de vapeur à l'intérieur des particules solides est négligeable.

La forme hyperbolique des cinétiques d'extraction des extraits de gingembre, nous permet de dire que cette cinétique d'extraction est comparable à la cinétique d'une réaction chimique du premier ordre.

On peut schématiser la cinétique d'extraction des huiles essentielles de gingembre comme suit :

	Huile essentielle (Contenue dans la matrice)	Huile essentielle (Extrait)
t = 0	$Y_e$	0
t > 0	$Y_e - Y(t)$	$Y(t)$

$Y(t)$  : le rendement en extrait à l' instant t,

$Y_e$  : Le rendement en extrait à l'équilibre.

En suivant le rendement au cours de l'extraction, on peut dire qu'à l'instant  $t = 0$  (début de l'extraction), la totalité des huiles essentielles  $Y_e$  se trouve dans le substrat végétal. A un instant t quelconque une quantité d'extrait a été récupérée ce qui nous permet d'avoir la valeur de  $Y(t)$ . Il reste dans le matériel végétal à ce temps t une quantité d'extrait proportionnelle à «  $Y_e - Y(t)$  ». Si on assimile la cinétique d'extraction de gingembre à celle d'une réaction chimique d'ordre « 1 », la vitesse de cette réaction est donnée par la relation suivante :

$$v = -\frac{d[Y_e - Y(t)]}{dt} = k[Y_e - Y(t)]$$

Par intégration de cette équation différentielle on obtient :

$$-kt = \log \left[ \frac{Y_e - Y(t)}{Y_e} \right] = \log \left[ 1 - \frac{Y(t)}{Y_e} \right]$$

En général, l'extraction suit une cinétique de premier ordre dont l'équation "Log (1-Yt/Ye) = f(t)" est linéaire. Dans le cas, de l'extraction d'huile essentielle et d'oléorésine de gingembre, la cinétique d'extraction est bien similaire à celle d'une réaction chimique du premier ordre, et à celle obtenue par le modèle développé par Spiro et Selwood dans une étude sur le mécanisme d'infusion de la caféine à partir du café (§.I-3.2.):

$$\log \left[ \frac{Y_e}{Y_e - Y(t)} \right]_j = k_j t$$

Avec :

k : la constante au premier ordre du rendement d'extraction

t : temps d'extraction

j : l'étape de l'extraction

En posant : 
$$z = \log \left[ \frac{Y_e}{Y_e - Y(t)} \right]$$

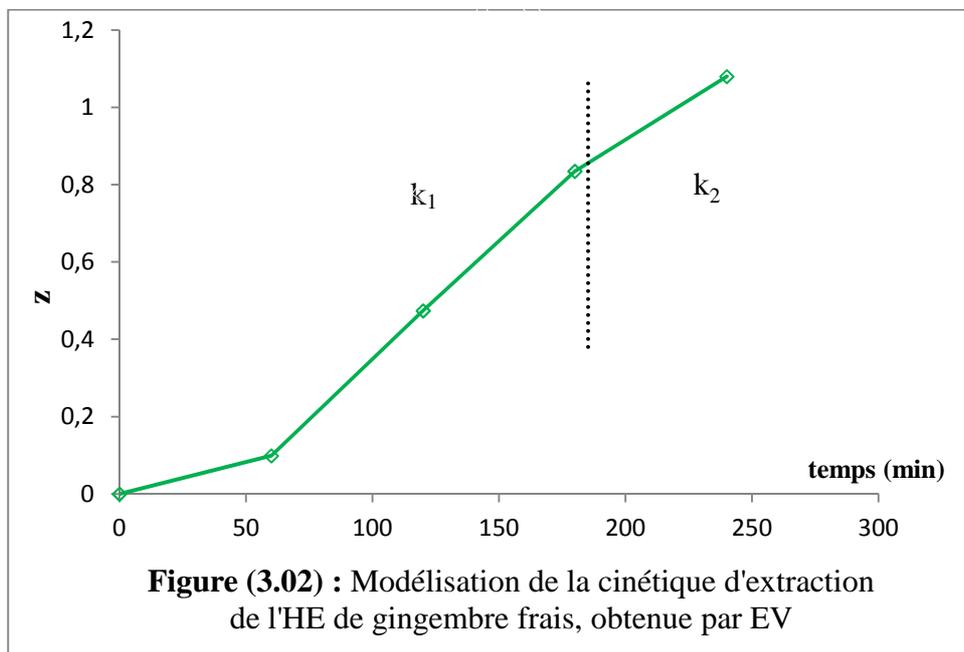
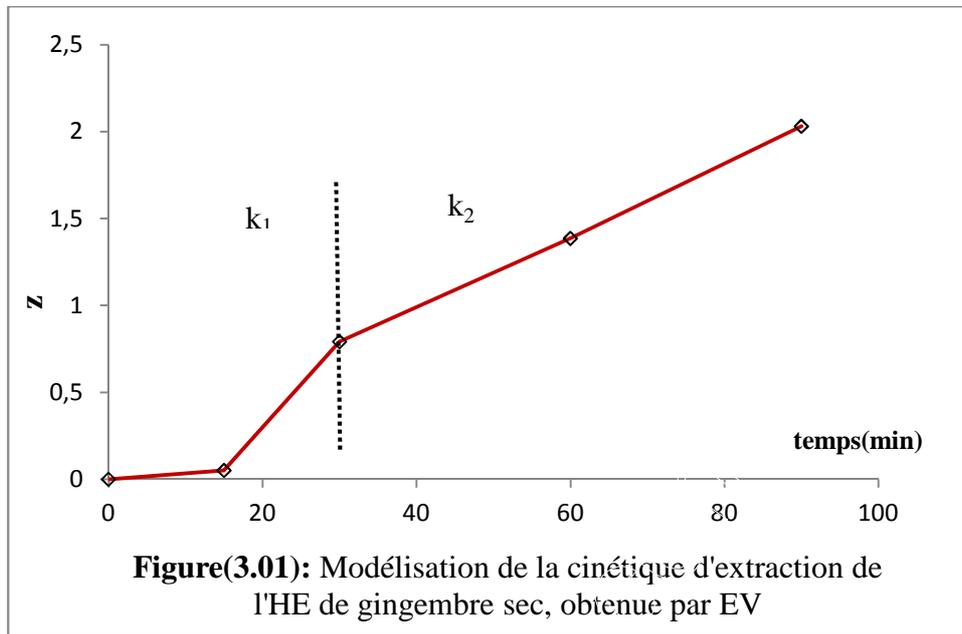
### II-3.1.1. Modélisation de la cinétique d'extraction des huiles essentielles de gingembre obtenues par EV et par MO

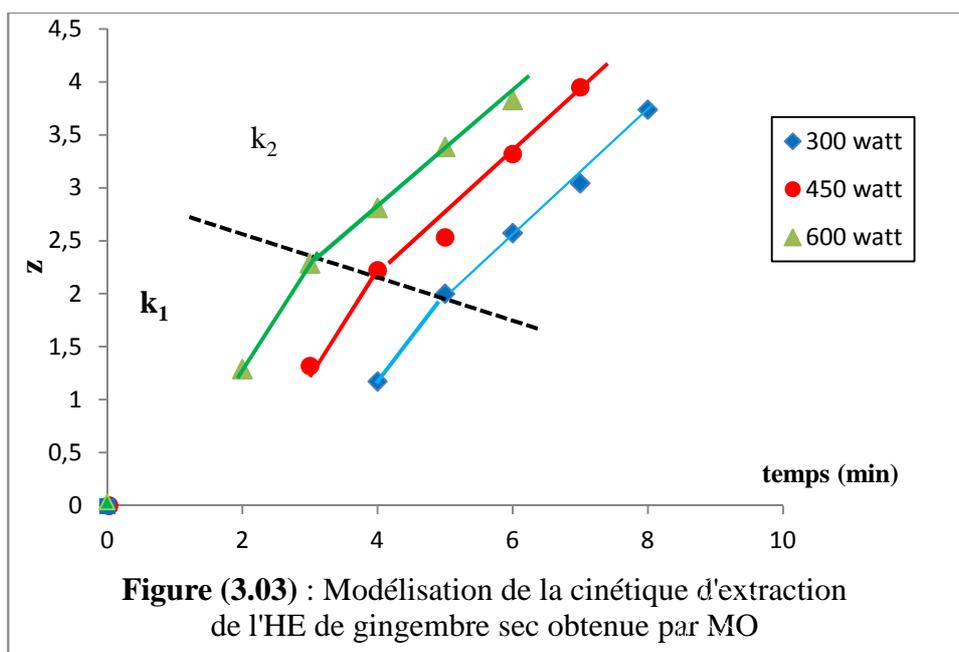
A la lumière des résultats expérimentaux, nous avons pu, d'une façon pratique, retenir une teneur finale  $Y_\infty$  en extrait.

Afin d'appliquer le modèle ci-dessus, on trace les courbes de variation de « z » en fonction du temps :

<b>Tableau (3.01) : Modélisation de la cinétique d'extraction d'huile essentielle de gingembre obtenue par EV et par MO</b>										
Méthodes d'extraction	Par EV				Par MO					
Matière végétale	Gingembre sec		Gingembre frais		Gingembre sec					
Puissance Watt	-		-		300		450		600	
z t (min)	t	z	t	z	t	z	t	z	t	z
	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	15	0,051	60	0,099	4	1,173	3	1,319	2	1,290
	30	0,792	120	0,474	5	2,000	4	2,221	3	2,288
	60	1,386	180	0,835	6	2,574	5	2,532	4	2,810
	90	2,031	240	1,080	7	3,044	6	3,320	5	3,387
				8	3,738	7	3,949	6	3,829	

Les figures ci-dessous illustrent la variation de « z » en fonction du temps d'extraction :





**Interprétation des résultats :**

Ces figures montrent bien que la vitesse d'extraction de l'huile essentielle de gingembre obtenue par MO est clairement plus rapide que celle obtenue par EV, et confirme aussi les résultats obtenus lors des études précédentes, donc le modèle peut décrire les deux méthodes d'extraction.

Nous pouvons observer à partir de ces figures, que l'extraction suit deux étapes avec deux pentes différentes:

- Une étape d'extraction rapide avec des constantes  $k_1$  plus importantes. Celle-ci correspondrait à l'extraction de l'huile superficielle, par un phénomène de diffusion libre.
- Une deuxième étape avec une extraction plus lente avec des valeurs de constantes  $k_2$  plus faibles que  $k_1$ . Celle-ci pourrait être attribuée à l'extraction de l'huile essentielle située au cœur de gingembre. Cependant, la quantité d'huile récupérée dans la deuxième étape est très faible.

**Tableau (3.02) : Valeurs des constantes de vitesse**

Les constantes de vitesse ( $\text{min}^{-1}$ )		$k_1$	$k_2$
Entraînement à la vapeur	Gingembre frais	0,0061	0,0041
	Gingembre sec	0,0494	0,0215
Micro-ondes (gingembre sec)	300 Watt	0,827	0,568
	450 Watt	0,902	0,597
	600 Watt	0,998	0,520

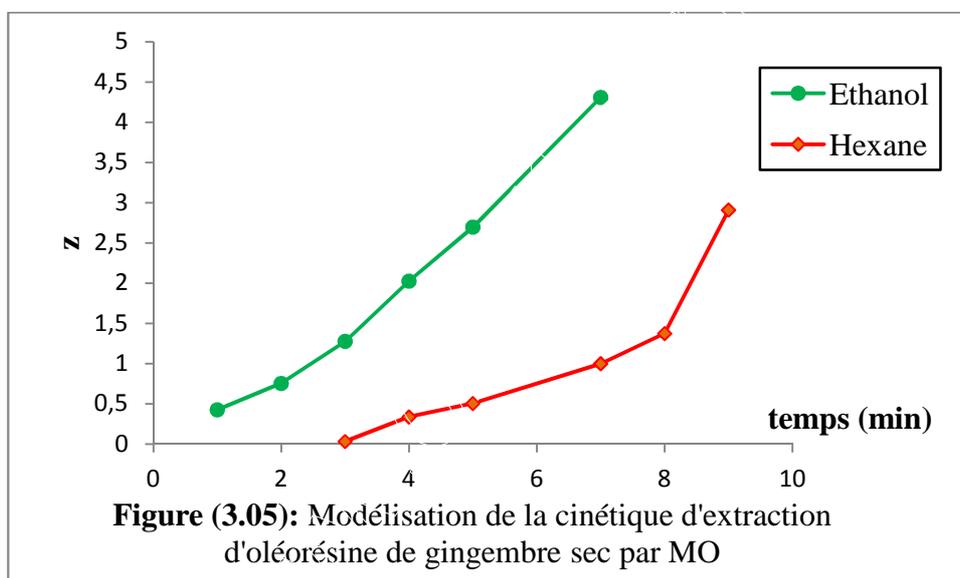
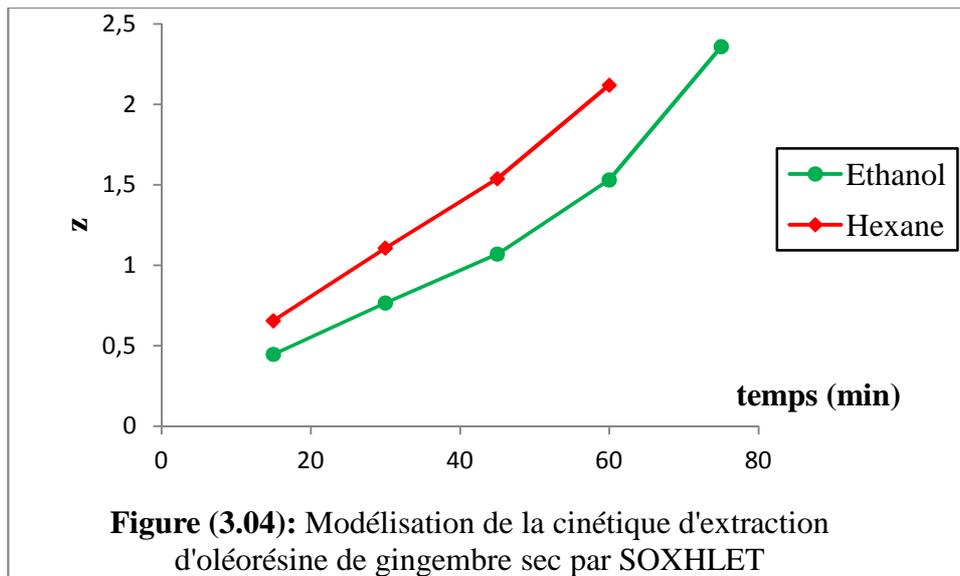
• A partir de ces résultats, nous remarquons aussi que dans le cas de l'extraction par micro-onde  $k_1$  devient plus importante à des puissances plus grandes, alors que  $k_2$  demeure plus faible. Cette augmentation est due à la présence de vapeur sous haute pression qui permet d'atteindre plus de sites endogènes.

• Nous observons encore, que dans le cas de l'extraction par entrainement à la vapeur d'eau, les constantes  $k_1$  et  $k_2$  de gingembre sec sont plus importante que  $k_1$  et  $k_2$  de gingembre frais respectivement. Le séchage des épices joue donc un rôle important dans la cinétique d'extraction.

### II-3.2. Modélisation de la cinétique d'extraction des oléorésines de gingembre obtenues par SOXHLET et par MO

Les résultats de la modélisation sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau (3.03) : Modélisation de la cinétique d'extraction des oléorésines de gingembre sec obtenues par SOXHLET et par Micro-ondes								
Méthodes d'extraction	SOXHLET				Micro-ondes			
Solvants utilisés	Éthanol		Hexane		Éthanol		Hexane	
	t(min)	z	t(min)	z	t(min)	z	t(min)	z
z =f(t)	15	0,447	15	0,656	1	0,427	3	0,033
	30	0,766	30	1,107	2	0,755	4	0,338
	45	1,070	45	1,539	3	1,278	5	0,505
	60	1,531	60	2,120	4	2,027	7	1
	75	2,359	75	-	5	2,698	8	1,375
	-	-	-	-	7	4,31	9	2,91
	-	-	-	-	-	-	-	-



Nous pouvons observer à partir des courbes ci-dessus, que les valeurs de  $k$  varient significativement pour chaque solvant utilisé. Ce qui prouve l'influence de la nature du solvant sur l'efficacité d'extraction d'oléorésine de gingembre. En effet, une augmentation de la température entraîne généralement une diminution de la viscosité, augmentant ainsi significativement la diffusion des molécules dans le solvant, et par conséquent amélioré la cinétique d'extraction qui se traduit par l'augmentation des valeurs de  $k$ . ces résultats sont donc en accord avec ceux obtenus précédemment.

### II-3.2. Compréhension des phénomènes mis en jeu et mécanisme de l'extraction par MO

La principale question qui se pose tout au long de cette partie est : *pourquoi les opérations d'extraction de l'huile essentielle de gingembre sont accélérées par MO ?*

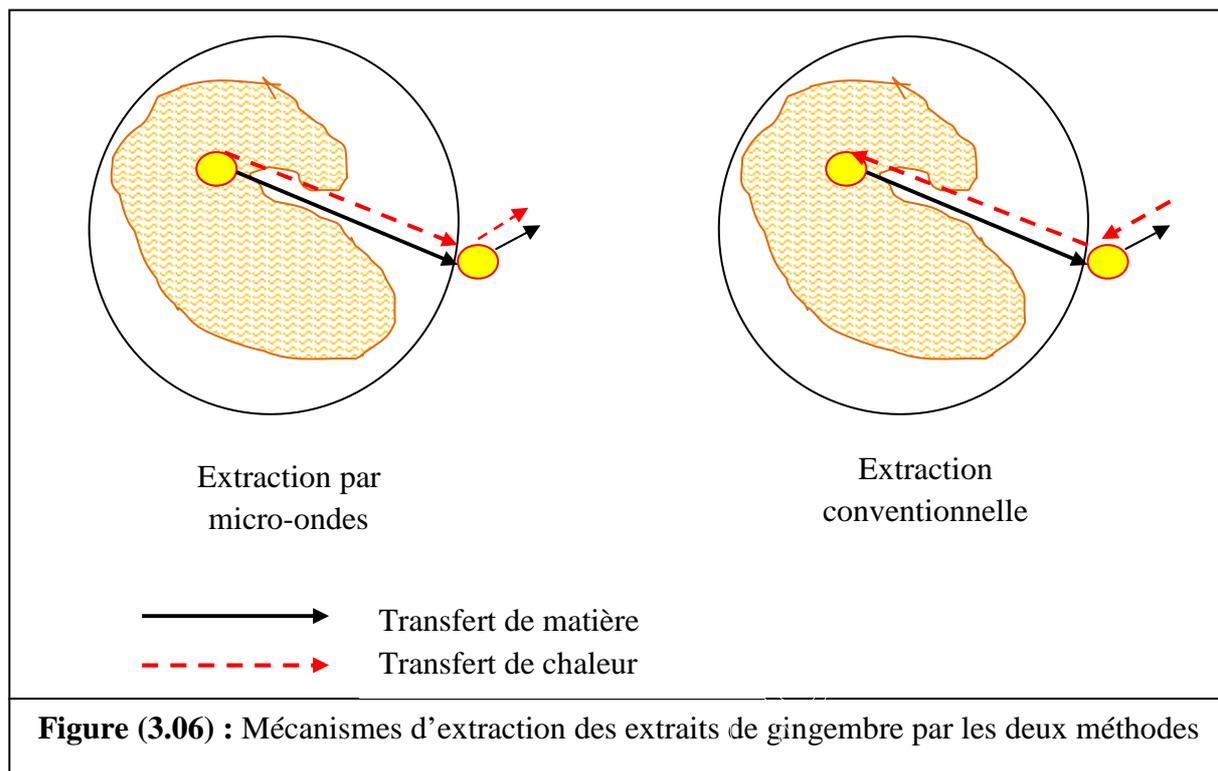
En effet, la synthèse des diverses études réalisées sur l'effet de l'extraction sous micro-ondes en termes de cinétique d'extraction, de la modélisation de ce cinétique, et à celle de l'effet de la température, a permis de répondre à ce type de question et de proposer un mécanisme possible spécifique au procédé d'extraction par micro-ondes.

Du point de vue de la chimie quantique, l'énergie quantique associée au chauffage micro-ondes, d'une fréquence de 2450 MHz, est de l'ordre de  $1.62 \cdot 10^{-24} \text{ J}$  ( $10^{-5} \text{ eV}$ ). Elle est très inférieure aux énergies d'activation chimique : 13 eV pour la liaison covalente OH, 5 eV pour la liaison hydrogène, moins de 2 eV pour les liaisons de Van Der Waals<sup>(31)</sup>. De ce constat scientifique, l'activation moléculaire directe par micro-ondes ne peut être mise en cause pour justifier des effets apportés dans diverses investigations physiques et/ou chimiques <sup>(20.31)</sup>.

Ainsi, dans le domaine de l'extraction, seul l'effet thermique des micro-ondes peut être avancé pour expliquer les rendements obtenus. Cependant, l'accélération des rendements d'extraction peut être dû à une combinaison synergique des deux phénomènes de transport : gradients de masse et de chaleur. En effet, dans le cas de l'extraction par les méthodes classiques (EV et SOXHLET), le transfert de masse se produit de l'intérieur vers l'extérieur, tandis que le transfert de chaleur se produit de l'extérieur vers l'intérieur. Pour l'extraction par MO, les deux phénomènes de transport sont dans la même direction, de l'intérieur vers l'extérieur (figure 3.06).

Dans le chauffage conventionnel, le transfert de chaleur dépend de la conductivité thermique et de la différence de température existant au travers de l'échantillon. De ce point de vue, la température augmente lentement dans le milieu étudié. En opposition, et grâce à l'effet volumétrique du chauffage par micro-ondes, une montée en température est obtenue plus rapidement, dépendant de l'énergie ou de la puissance micro-ondes apportée et du facteur de pertes diélectriques du matériel végétal irradié. En effet, lors de l'extraction par micro-onde, l'échauffement du matériel végétal solide s'effectuera par conduction via le courant de vapeur du solvant sensible aux micro-ondes (eau, éthanol). Une fois porté à sa température d'ébullition, il solubilisera le soluté. Ce processus est identique à celui mis en œuvre dans un procédé d'extraction classique, le gain porte alors seulement sur la réduction de la durée de chauffe.

Ces constatations mettent en évidence la différence existant entre le chauffage conventionnel et l'irradiation par micro-ondes.



### II-3.3. Impact environnemental

Du point de vue environnemental, la quantité calculée, en émission de dioxyde de carbone dans l'atmosphère, est plus élevée dans le cas des extractions par les méthodes classiques comme le montre le tableau ci-dessous :

**Tableau (3.04) : Quantité de CO<sub>2</sub> émis dans l'atmosphère par les méthodes d'extraction**

Solvants	H <sub>2</sub> O		Hexane		Éthanol	
	EV	MO	SOXH	MO	SOXH	MO
<b>Méthodes d'extraction</b>						
<b>Quantité extraite (g)</b>	0,202	0,210	0,375	0,265	0,312	0,335
<b>Temps d'extraction (min)</b>	120	10	75	10	90	08
<b>Puissance (Watt)</b>	350	1150	260	1150	260	1150
<b>L'énergie d'extraction (KWh)</b>	0,700	0,192	0,325	0,192	0,390	0,153
<b>Kg de CO<sub>2</sub> rejeté / Kg d'extrait</b>	30,60. 10 <sup>2</sup>	08,071. 10 <sup>2</sup>	07,65. 10 <sup>2</sup>	06,40. 10 <sup>2</sup>	11,04. 10 <sup>2</sup>	04,03. 10 <sup>2</sup>

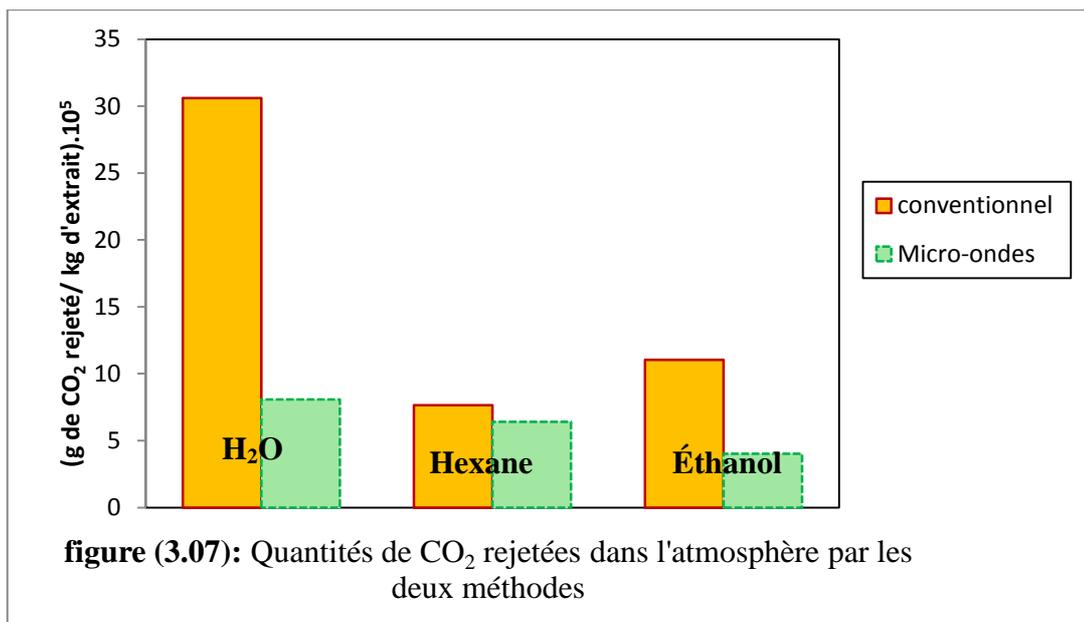
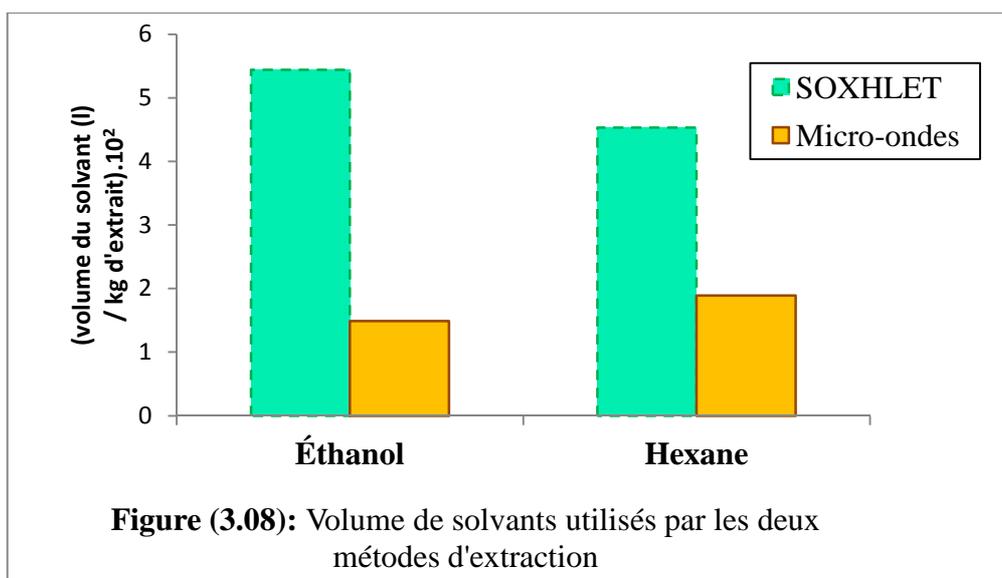


figure (3.07): Quantités de CO<sub>2</sub> rejetées dans l'atmosphère par les deux méthodes

Ces calculs ont été réalisés selon la littérature (annexe): pour obtenir 1KWh d'électricité à partir de gaz naturel, 883g de dioxyde de carbone sont émis dans l'atmosphère lors de la combustion de l'énergie fossile.

✓ Le procédé d'extraction par micro-ondes est également plus économique en termes de quantité de solvant utilisé. Dans le tableau ci-dessous, nous avons calculé le volume du solvant utilisé par kilogramme d'extrait pour les deux techniques (MO et SOXHLET) dans les conditions optimales qui ont été déterminées.

Solvants	Méthodes d'extraction	Masse de l'extrait (g)	Volume du solvant (L)	Volume du solvant (L)/Kg d'extrait
Hexane	SOXH	0,375	0,170	4,53. 10 <sup>2</sup>
	MO	0,265	0,050	1,89. 10 <sup>2</sup>
Éthanol	SOXH	0,312	0,170	5,44. 10 <sup>2</sup>
	MO	0,335	0,050	1,49. 10 <sup>2</sup>



La figure (3.08) montre que le volume du solvant utilisé dans l'extraction par SOXHLET est trois fois plus grand que celui utilisé dans l'extraction par micro-ondes. Donc le procédé d'extraction par micro-ondes permet ainsi, de diminuer le volume de solvant utilisé.

### II-3.4. Étude technico-économique de la méthode d'extraction par MO

La méthode d'extraction des huiles essentielles par micro-ondes s'est avérée fiable, écologique, rapide et adaptée à l'extraction de l'huile essentielle de gingembre. Ce procédé respectueux de l'environnement fournit une huile essentielle de haute qualité et pratiquement identique à celle obtenue par la méthode conventionnelle. En vue de rendre cette méthode originale comme méthode d'analyse de routine dans les laboratoires industriels de contrôle de qualité, il est indispensable de faire une étude économique pour connaître le coût total d'une analyse par la méthode classique (EV) et par micro-ondes. Cela permettra d'apprécier les performances de cette nouvelle méthode aussi bien du point de vue technique qu'économique. Le coût de l'extraction, résumé dans le tableau (3.05), comprend plusieurs parties :

**L'énergie électrique consommée :** durant l'analyse, le four micro-ondes de laboratoire consomme en moyenne une puissance de 1150 W, et le chauffe ballon classique utilisé consomme 350 W, alors que le KWatt-heure coûte 5 DA <sup>(79)</sup>.

**Le coût du matériel :** pour les deux méthodes l'étude technique a été effectuée avec le four micro-ondes domestique Samsung acheté à 20 000 DA, et un chauffe ballon, d'un même montant en moyenne selon la contenance.

**L'amortissement :** L'un des objectifs de la comptabilité est de présenter une image fidèle de la société. Pour cela, on comptabilise, en tant que charges d'amortissement, la dépréciation et l'usure que peuvent faire subir la MO et l'EV. Il est calculé sur la base de

l'utilisation continue du matériel, pendant une durée de dix années. Cette durée comprend une période de travail effective de 2500 jours.

Avec la micro-onde, 10 min sont suffisantes pour terminer l'extraction d'huile essentielle de gingembre, il est alors possible d'effectuer 20 analyses par jour, ce qui fait plus de 50 000 analyses pendant la durée de l'amortissement de l'appareil.

Pour le système classique de l'entraînement à la vapeur, 2 heures sont nécessaires pour finir l'extraction, donc il est possible d'effectuer que 3 analyses par jours, ce qui fait moins de 7500 analyses pendant la durée de l'amortissement de l'appareil.

On peut résumer ces résultats d'analyse dans le tableau suivant :

Méthode d'extraction	Amortissement	Coût du matériel pour une analyse
EV	7500 analyses → 20 000DA	x=2,67 DA
	Une analyse → x DA	
MO	50000 analyses → 20 000 DA	x=0,4 DA
	Une analyse → x DA	

**Tableau (3.06) : Coût d'extraction d'huile essentielle de gingembre par les deux méthodes**

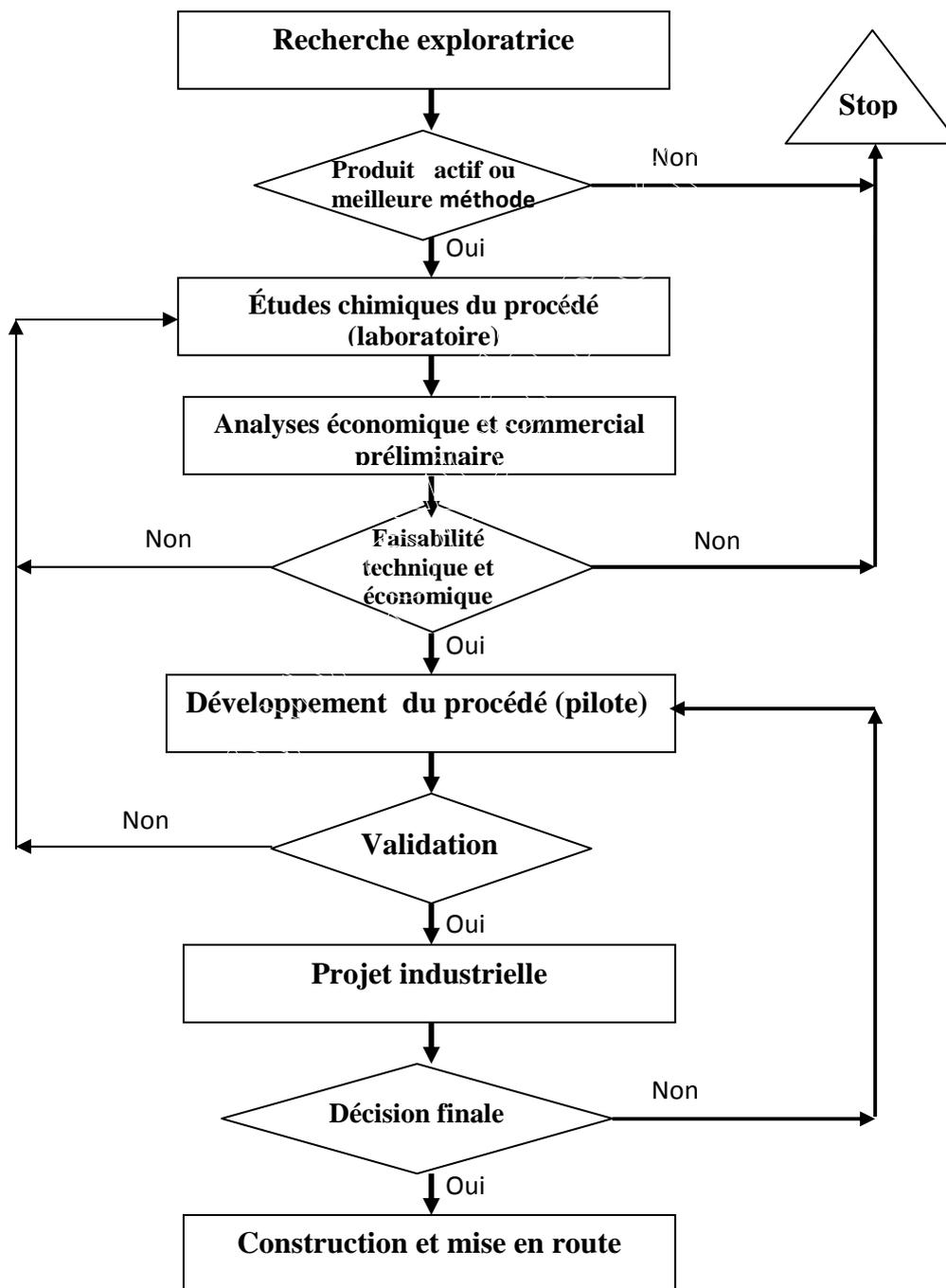
Méthode d'extraction	EV	MO
Temps d'extraction (min)	120	10
Rendement (%)	4,04	4,20
Quantité extraite (g)	0,202	0,210
L'énergie d'extraction (KWh) /une analyse	0,700	0,192
Le coût énergétique (DA) /une analyse	3,500	0,134
Coût du matériel (DA) /une analyse	2,67	0,4
<b>Coût total (DA) /1Kg d'extrait</b>	<b>30544,55</b>	<b>2542,86</b>

Les résultats de cette étude économique ont permis de constater que :

- Le coût d'une extraction par micro-ondes est 11 fois moins cher que l'extraction classique par entraînement à la vapeur d'eau.
- L'extraction par micro-ondes nécessite moins d'énergie et de temps de travail

• Cependant nous sommes malgré tout dans la phase exploratoire de cette technologie. Beaucoup de travaux restant à réaliser tant sur le plan du fonctionnement, que sur le plan du design évolutif des micro-ondes. Il serait important d'exploiter les résultats obtenus à l'échelle laboratoire pour les transférer à l'échelle pilote puis industrielle. En effet, l'industrialisation de ce nouveau procédé propre d'extraction des extraits doit répondre aux critères de l'industrie de la parfumerie, de la cosmétique et de la pharmaceutique.

L'algorithme des diverses phase d'industrialisation d'un procédé est présenté dans l'organigramme ci-dessous :



*Conclusion*

*&*

*Perspectives*

Dans le cadre de ce travail, nous avons étudié la réalisation, l'optimisation et l'application d'un nouveau système d'extraction des huiles essentielles et des oléorésines «l'extraction assistée par micro-ondes». Cette nouvelle méthode a été comparée aux techniques conventionnelles de l'entraînement à la vapeur d'eau et de SOXHLET. Plusieurs étapes ont permis de parvenir à l'élaboration et à la validation de ce nouveau procédé d'extraction assistée par micro-ondes.

Le gingembre frais et sec ont été le support végétal de cette étude.

Un protocole expérimental simple d'extraction par micro-ondes a été élaboré. Les paramètres tels que le temps d'extraction, la puissance de micro-ondes ou encore l'état physique de la matrice et la nature du solvant, ont été testés et fixés afin de trouver le meilleur compromis en terme quantitatif et qualitatif. Les résultats obtenus ont montré que :

✓ La comparaison d'un point quantitatif de l'extraction assistée par micro-ondes avec EV a permis de mettre en évidence des différences de comportement. En effet, l'extraction par MO est nettement plus performante que l'EV pour l'extraction de l'huile essentielle de gingembre car en 10 min, il est possible d'extraire la même quantité d'huile essentielle qu'en 180 min de l'EV. En revanche, pour l'extraction par solvant organique, SOXHELT reste plus performante en termes de rendement.

✓ D'un point de vue qualitatif, l'extraction des huiles essentielles et des oléorésines de gingembre par les méthodes classiques est incontestablement une méthode de choix.

En effet, dans le cas des huiles essentielles obtenues par EV et par MO, les composés majoritaires sont généralement des Sesquiterpènes non oxygénés. Pour le gingembre sec, EV est la méthode de choix pour extraire ces composés (69,93 %), parmi lesquels le zingiberène est majoritaire (26,04 %), et pour le gingembre frais, les deux méthodes sont similaires.

Alors que dans le cas des oléorésines de gingembre, l'hexane est un bon extracteur des composés non oxygénés en utilisant le SOXHLET (56,00%). Par contre, l'éthanol est un bon extracteur de ces composés non oxygénés par micro ondes (62,43%). De même, il se présente comme meilleur extracteur des composés oxygénés par SOXHLET (40,58%) et par MO (31,38%) que l'hexane. Cela est dû à l'absorption rapide de l'éthanol du rayonnement de micro-ondes, ce qui facilite la solubilité des composés dans ce dernier.

L'ensemble des résultats obtenus au cours de ce travail a permis de vérifier les hypothèses avancées par Von Rechenberg en 1910 et corroborées par A. Koedam en 1982. En effet, selon cet auteur, la température d'ébullition des molécules n'explique pas à elle seule le

---

*Optimisation et comparaison des cinétiques d'extraction des extraits de gingembre par procédés classiques et par micro-ondes*

phénomène de distillation. La solubilité des composés dans le solvant serait non négligeable voire déterminante pour leur distillation. C'est ainsi que des composés oxygénés plus polaires et plus solubles dans le solvant seraient distillés prioritairement aux hydrocarbures terpéniques dont la température d'ébullition est pourtant plus faible.

✓ Ainsi, nous avons constaté que l'un des avantages de l'extraction par MO est incontestablement le gain de temps et donc par conséquent l'économie d'énergie. Cette accélération dans le processus d'extraction est due à une combinaison synergique des deux phénomènes de transport : gradients de masse et de chaleur.

✓ En revanche, la MO apparaît comme une procédure d'extraction « douce » permettant de réaliser des économies d'énergie et de diminuer les rejets de CO<sub>2</sub> dans l'atmosphère.

**A** la fin de cette étude, qui a pu apporter des réponses pertinentes et satisfaisantes aux diverses contraintes et questions soulevées, des questions, aussi bien sur le plan fondamental qu'appliqué, ont été générées et des perspectives peuvent être dégagées pour le but d'améliorer la quantité et surtout la qualité des extraits:

- L'extraction d'un mélange de deux matières végétales à la fois, au lieu d'une seule matrice. A titre d'exemple, le mélange d'un ratio de gingembre qui possède une saveur chaude, avec un ratio du camphre qui a une saveur froide. Ces deux espèces ont été mentionnées dans le coran dans le même verset.

- De même, l'extraction avec un mélange de solvant organique, pour faciliter l'absorption des MO et la pénétration du solvant dans la matrice solide, par exemple le mélange de l'éthanol et de l'hexane.

- Faire des évaluations en variant la puissance de la micro-onde pendant des périodes alternées. Il est possible d'améliorer les rendements d'hydrodistillation. Dans notre étude la puissance a été constante lors de l'hydrodistillation.

- Évaluer la possibilité d'extraire les huiles essentielles uniquement avec l'humidité que constitue la matière première, par exemple dans le cas de gingembre frais.

L'ensemble de ces points ne pouvant être résolus dans le cadre de ce travail, ils feront l'objet d'études ultérieures dans d'autres thèses.



# Annexes

- 1: M.LUCCHESI. Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles Thèse de doctorat. Université de la REUNION, 2006
- 2: Baudoux Dominique. "Guide pratique d'aromathérapie familiale et scientifique" 2008, Amyris
- 3: BRUNETON J. Phytochimie. Plantes médicinales (1993). Tec et Doc Lavoisier, Paris, 915 p.
- 4: P. Mainebau, "La nouvelle Aromathérapie". 2ème édition Jakin, Paris, 1994, 28-9
- 5: Organisation et classification des plantes vasculaires  
G. Deysson. Tome. II: Organisation Soc. d'Ed. et Ens. Sup., Paris, 1976.
- 6: R.R. Paris et H.Moÿse, Matière médicale Tome I et II. Masson, Paris, 1967.
- 7: A. DEGRYSE "Risques et bénéfices possibles des huiles essentielles". Santé Environnement, école des hautes études en santé publique. IGS- EHESP- 2008
- 8: C. BENINI. "Contribution à l'étude de la diversification de la production d'huiles essentielles aux Comores" Mémoire d'ingénieur en Biologie, Université Gembloux (Belgique), 2006
- 9: Office fédéral de la santé publique OFSP « Les huiles essentielles  
Unité de direction Protection des consommateurs. Département fédéral de l'intérieur DFI. 2008
- 10: D.AVALOS. "Faisabilité de la production au Mexique de fromage de chèvre additionnés de piment" Thèse de doctorat. Etablissement public d'enseignement supérieur et de recherche (INPL). 2007-2008
- 11: [apoticarius.free.fr/he/index.html](http://apoticarius.free.fr/he/index.html)
- 12: Smallfield B. "Introduction to growing herbs for essential oils medicinal and culinary purposes" Crop & Food Research. 2001
- 13: [www.phytotherapia.eu/informations\\_medicales.php?num\\_info=410](http://www.phytotherapia.eu/informations_medicales.php?num_info=410)
- 14: M. Paris. H.Murabielle, Abrégé de Matière médicale. Pharmacognosie  
Tome I Masson, Paris 1981, 182-194.
- 15: P. BELAICHE. Traité de phytothérapie et d'aromathérapie: l'aromatogramme.  
Paris (FR): Ed, Maloine; 1979.
- 16: Rai.M.K, Acharya D. Wadegaonkar P Plant-Derived Antimycotics: Potential of Asteraceous Plants. (2003) Haworth press, N-York, Londin.
- 17: PIBIRI MC. Assainissement microbiologique de l'air et des systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. Thèse de sciences. École polytechnique fédérale de Lausanne, suisse, (2005).
- 18: Pierre laszlo Reims, Les jeudis de la science: Sèves et sucs au travers de l'histoire et de la science Médiathèque Cathédrale, mars 2007.
- 19: J. Bruneton, Phytochimie, Plantes médicinales.  
Pharmacognosie 2e édition. Technique et Documentation - Lavoisier, Paris, 1993,

- 20:** F. Chemat, E. Esvelde, Microwave Super-Heated Boiling of Organic Liquids: Origin, Effect and Application. *Chemical Engineering & Technology*, 24, 735-744, 2001.
- 21:** Recueil des normes françaises. Huiles essentielles. AFNOR, Paris, 1992.
- 22 :** Pharmacopée Européenne 1 Conseil de l'Europe, Maisonneuve S.A. Editions, Sainte Ruffine, 1996.
- 23:** H.Mellouk Extraction des volatiles à partir du bois par détente instantanée contrôlée  
Thèse de doctorat université de la ROCHELLE, 2009
- 24:** HOU WU. Isolation and characterization of natural products from ginger.  
For the degree of the doctor school new Brunswick.2007
- 25:** E Yayi . Contribution à l'Etude des huiles essentielles de plantes aromatiques du Bénin;  
Thèse de doctorat en cotutelle, Université Blaise Pascal de Clermont- Ferrand Université Nationale du Bénin 1998
- 26:** Gerin. Solvants industriels : Santé, Sécurité, Substitution. Collection médecine du travail.  
M. Ed: Masson, Paris. 2002
- 27:** Kinetic studies on zingiber officinale  
*Pakistan Journal of Pharmaceutical Sciences* Vol. 17, No.1, January 2004, pp.47-54
- 28:** L.R. HERNANDEZ O. Substitution de solvants et matières actives de Synthèses par une combine solvant/actif d'origine végétale. Thèse de doctorat. L'institut national polytechnique de Toulouse, 2005
- 29:** L.rivera. Étude de l'extraction de métabolites Secondaires de différentes matières Végétales en réacteur chauffent par induction Thermomagnétique directe  
Thèse de doctorat. Uuniversité de TOULOUSE, 2006
- 30:** E. ZIEMONS. Étude en temps réel du processus d'extraction de la Tagitinine en fonction des caractéristiques physico-chimiques du CO<sub>2</sub> supercritique. Thèse de doctorat. Université de LIEGE 2006-2007
- 31:** A. Loupy, *Microwaves in Organic Synthesis*,  
2ieme édition, Tome I et II. Wiley-VCH, Weinheim, 2006.
- 32:** [www.cchst.ca/oshanswers/phys\\_agents/microwave](http://www.cchst.ca/oshanswers/phys_agents/microwave)
- 33:** FERHAT M.A. Extraction sans solvant assistée par micro-ondes des huiles essentielles des citrus d'Algérie : compréhension, application et valorization Thèse de doctorat. USTHB.2007.  
N° D'ordre 02/2007-D/CH
- 34:** S. ElKhorri et al. The microwave-assisted process (MAP<sup>TM</sup>): Extraction and determination of fat from cocoa powder and cocoa nibs *Journal of Food Engineering* 79 (2007) 1110–1114

- 35: Vivekananda Mandal, & all. Microwave Assisted Extraction. An Innovative and Promising Extraction Tool for Medicinal Plant Research.  
Pharmacognosy Reviews Vol 1, Issue 1, Jan-May, 2007
- 36: Dr. J. R. Jocelyn Paré. Les technologies propres  
Canada. Centre de technologie environnementale, 1997
- 37: L.Castro.Towards more rational techniques for the isolation of valuable essential oils from plants; trends in analytical chemistry  
Trends in analytical chemistry, 1999; vol. 18, no. 11.
- 38: Teuscher, anton r, lobstein annelise. Plantes aromatiques: Épices, aromates, condiments et leurs huiles essentielles Technique & documentation. 04-2005
- 39: [www.toildepices.com](http://www.toildepices.com)
- 40: Suzanne Catty Hydrosols: The Next Aromatherapy,  
Healing Arts Press, 2001
- 41: Srivastava KC, Mustafa T. Ginger (*Zingiber officinale*) and rheumatic disorders.  
Department of Environmental Medicine, Odense University, Denmark. 1989 May;29 (1):25-8.
- 42 : Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydro-thermo-mécanique d'herbes aromatiques. Applications généralisées  
Colette BESOMBES THÈSE de DOCTAT. UNIVERSITÉ DE LA ROCHELLE 2008
- 43: J. Garnero, Les huiles essentielles.  
Techniques de l'ingénieur,K 345, 2003
- 44: Espinoza-P et al. Mathematical modeling of caffeine kinetic during solid-liquid extraction of coffee beans Instituto Tecnológico de Veracruz, Av., Mexico 2006
- 45: Shobana S, Naidu KA. Antioxidant activity of selected Indian spices.  
Prostaglandins Leukot Essent FattyAcids 2000
- 46: K. V. PETER HANDBOOK OF HERBS AND SPICES  
VOLUME 1 FOOF SCIENCE AND TECHNOLOGY. 2000-2001
- 47: Kaur C, Anti-oxidant activity and total phenolic content of some Asian vegetables.  
Kapoor HC International Journal of Food Science and Technology 2002
- 48: Composition and effects on LPS-stimulated PGE2 production.  
Jolad SD, Lantz RC, et al Phytochemistry 2005
49. *Zingiberis rhizoma*: a comprehensive review on the ginger effect and efficacy profiles.  
Chrubasik S, Pittler MH, Roufogalis BD Phytomedicine. 2005
- 50: hanumanthachar and milind. *Zingiber officinale*: evaluation of its nootropic effect in mice  
University, Post Box, India. ISSN 0189-6016©2006

- 51: Boone SA, Shields KM. Treating pregnancy-related nausea and vomiting with ginger. *Ann Pharmacother* 2005.
- 52: Grzanna R, Lindmark L, Frondoza CG. Ginger--an herbal medicinal product with broad anti-inflammatory actions. *J Med Food* 2005;
- 53: Young HY, Luo YL, et al J. Analgesic and anti-inflammatory activities of [6]-gingerol. *Ethnopharmacol* 2005
- 54: [www.xn--propriets-g1ab.com/home/](http://www.xn--propriets-g1ab.com/home/)
- 55: Al-Amin ZM, Thomson M, et al. Anti-diabetic and hypolipidaemic properties of ginger in streptozotocin-induced diabetic rats. *British Journal of Nutrition* (2006),
- 56: Muhammad Qasim & a. Hypoglycemic Effect of Ginger (*Zingiber Officinale*) in Alloxan Induced Diabetic Rats (*Rattus Norvagicus*)  
Institute of Molecular Biology, Pakistan Veterinary Journal 2010
- 57: **Meeting of American Association for Cancer Research**  
Rebecca Liu, Sanjay Srivastava – Washington 2006.
- 58: Srivastava KC, Mustafa T. Ginger (*Zingiber officinale*) in rheumatism and musculoskeletal Disorders. *Med Hypotheses* 1992 Dec; 39(4):342-8
- 59: Natural Remedies Pvt. Ltd.: *Zingiber officinale*. Developed by Quality control Dept 11-99
- 60: [www.bulletins-electroniques.com/vigies/viewtopic.php?id=2898](http://www.bulletins-electroniques.com/vigies/viewtopic.php?id=2898)
- 61: Les plantes médicinales  
Encyclopédie pratique. Sélection du Reader's Digest. 1995.
- 62: B.BEN AMOR. Maîtrise de l'aptitude technologique de la matière végétale dans les opérations d'extraction de principes actifs; texturation par détente instantanée contrôlée DIC. THÈSE de doctorat. UNIVERSITÉ DE LA ROCHELLE. 2008
- 63: **La Médecine Prophétique** par Ibn Qayyim Al-Jawziah. Librairie SAFA. N° 11964 / 2002
- 64: Daovy Allais. Série plantes médicinales. Le gingembre  
Fiche Phytothérapie Mars 2009.
- 65: Mandal. Microwave assisted extraction – an innovative and promising extraction tool for medicinal plant research. *University Varanasi 221005, India*. 2007
- 66: M. Ngassoum. Encapsulation par atomisation d'huile essentielle de rhizome de gingembre du Cameroun. Utilisation des OGM, Analyse des risques en agroalimentaire 2005.
- 67: Quality Attributes of Ginger and Cinnamon Essential Oils from Madagascar  
Issues in new crops and new uses. 2007. J. Janick
- 68: Extraction assistée par micro-ondes  
F3060 - 2003 Michel SURBLED, Benoît LEMAIRE, Jean-Yves ANIZON

- 69:** A.FARHAT. Vapo-diffusion assisté par micro-ondes : conception, optimisation et application. Thèse de docteur en sciences de l'université d'Avignon & école nationale d'ingénieurs de Gabès. 09-2010
- 70:** M.BENBOUALI. Valorisation des extraits de plantes aromatiques et médicinales Thèse de magister. Université de Hassiba Ben Bouali de CHLEF. 2003.
- 71:** Jean-Louis Colot. L'Energie Sous Toutes Ses Formes « Les Micro-ondes » PRINTEMPS DES SCIENCES 2002.
- 72:** J.CALLEBAUT. Chauffage par diélectrique Avril 2007 Efficacité énergétique
- 73:** LEYBROS J., FREMEAUX P. Extraction solide-liquide - Aspects théoriques. Techniques de l'Ingénieur, J 2780.
- 74:** Rachel Poirot. Méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté à partir de matière végétale. Le titre de docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse. 2007
- 75:** Lara HANNA WAKIM Effet d'un chauffage micro-ondes et conventionnel sur la thermorésistance d'une Salmonelle traitée dans un produit à basse activité d'eau. Conséquences sur la qualité du produit. Juillet 2008 école nationale supérieure d'industries agricoles et alimentaires (ENSIA)
- 76:** M.N BOUKHATEM. Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie). Nature & Technologie Revue « Nature et Technologie ». n° 03/Juin 2010. Université Saad Dahleb. Blida,
- 77:** The microwave-assisted process (MAP<sup>TM1</sup>): Extraction and determination of fat from cocoa powder and cocoa nibs  
Science direct. Journal of Food Engineering 79 (2007) 1110–1114
- 78:** CIRAD-FLHOR Hubert & Eric Les arômes alimentaires Épices et herbes aromatiques l'ENSIA École Nationale Supérieure des Industries Alimentaires.
- 79:** [www.sdc.dz/spip.php?article126](http://www.sdc.dz/spip.php?article126)

**Tableaux bibliographique :**

- Tableau (2.01) :** Comparaison entre les techniques nouvelles et conventionnelles pour l'extraction d'huiles essentielles.
- Tableau (3.01):** Caractéristiques des solvants ayant été utilisés pour l'extraction des composants aromatiques.
- Tableau (4.01) :** Composition chimique de l'huile essentielle de gingembre
- Tableau (4.02) :** Principaux propriétés physico-chimiques de gingembre
- Tableau (4.03) :** Composition chimique des HE de gingembre de différentes origines

**Tableaux expérimentale :**

- Tableau (1.01) :** Évolution du rendement d'extraction en huile essentielle en fonction de la masse de gingembre sec gris
- Tableau (1.02) :** Évolution du rendement en HE en fonction de la durée d'extraction
- Tableau (1.03) :** Évolution du rendement d'extraction en huile essentielle en fonction de la masse de gingembre frais
- Tableau (1.04) :** Évolution du rendement en HE en fonction de la durée d'extraction
- Tableau (1.05) :** Influence de la masse de la matière végétale sur le rendement
- Tableau (1.06) :** Influence du temps et la nature de solvant sur le rendement en oléorésine
- Tableau (1.07) :** Influence de la masse de la matière végétale sur le rendement
- Tableau (1.08) :** Influence de la puissance et du temps sur le rendement en HE
- Tableau (1.09) :** Influence de la nature des solvants, de la puissance et du temps d'extraction sur le rendement en oléorésine
- Tableau (1.10) :** Influence de broyage sur la cinétique d'extraction d'HE
- Tableau (2.01) :** Propriétés organoleptiques des HE de gingembre par les deux méthodes d'extraction EV et MO.
- Tableau (2.02) :** Propriétés organoleptiques des oléorésines de gingembre par les deux méthodes d'extraction SOXHLET et MO
- Tableau (2.03) :** Principaux propriétés physico-chimiques de gingembre
- Tableau (2.04) :** Principaux propriétés physico-chimiques de gingembre
- Tableau (2.05) :** Rendement des extraits de gingembre par les deux méthodes
- Tableau (2.06) :** Conditions opératoires des analyses en GC/MS
- Tableau (2.07) :** Composition qualitative et quantitative de chacune des quatre huiles essentielles extraites par les deux méthodes : EV et MO.
- Tableau (2.08) :** Composition qualitative et quantitative de chacune des quatre oléorésines extraites par les deux méthodes : SOXHLET et MO.
- Tableau (2.09) :** Caractéristique des composés majoritaires de l'extrait de gingembre
- Tableau (3.01) :** Modélisation de la cinétique d'extraction d'huile essentielle de gingembre obtenue par EV et par MO
- Tableau (3.02) :** les constantes de vitesse
- Tableau (3.03) :** Modélisation de la cinétique d'extraction des oléorésines de gingembre sec obtenue par SOXHLET et par Micro-ondes
- Tableau (3.04) :** Quantité de CO<sub>2</sub> émis pour chaque méthode d'extraction
- Tableau (3.05) :** Volume du solvant utilisé

**Figures Bibliographique :**

- Figure (1.01):** Quelques organes sécréteurs d'huiles essentielles
- Figure (1.02) :** Facteurs de variations de la biogenèse aromatique
- Figure (2.01):** Montage de l'hydrodistillation
- Figure (2.02) :** Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau
- Figure (2.03) :** Les différents types d'extracteur par solvants volatils
- Figure (2.04) :** Principe d'extraction par CO<sub>2</sub> supercritique
- Figure (2.05) :** Transferts thermiques sous les deux modes de chauffage
- Figure (2.06) :** Frissonnement des dipôles soumis à une irradiation micro-ondes
- Figure (2.07) :** Schéma d'un four micro-ondes
- Figure (2.08) :** Extraction par solvant assistée par micro-ondes (ESAM)
- Figure (2.09) :** Schéma du montage de L'ESSAM
- Figure (2.10):** Hydrodiffusion assisté par micro-ondes et gravité
- Figure (2.11) :** Feuillage de la menthe des jardins observé au microscope électronique à balayage avant et après extraction (ESSAM et HD)
- Figure (3.01) :** Schémas des processus de transfert dans l'extraction par entraînement à la vapeur
- Figure (4.01) :** Les différentes formes de gingembre
- Figure (4.02) :** Localisation des extraits dans le gingembre
- Figure (4.03):** Quelques structures des composés de l'huile essentielle de gingembre
- Figure (4.04):** Quelques structures des composés piquantes d'oléorésine de gingembre

**Figures expérimentales :**

- Figure (1.01) :** Schéma de principe de l'entraînement à la vapeur d'eau
- Figure (1.02) :** Évolution du rendement en HE en fonction de la masse de gingembre sec
- Figure (1.03) :** Le profil d'écoulement de la vapeur à travers le lit de gingembre
- Figure (1.04) :** Évolution du rendement en HE de gingembre sec gris en fonction de la durée d'extraction
- Figure (1.05) :** Évolution du rendement en HE en fonction de la masse de gingembre frais
- Figure (1.06) :** Évolution du rendement en HE de gingembre sec frais en fonction de la durée d'extraction
- Figure (1.07) :** Schéma de l'extracteur de SOXHLET
- Figure (1.08) :** Évolution du rendement en oléorésine en fonction de la masse de la matière végétale
- Figure (1.09) :** Influence du temps d'extraction et la nature du solvant sur le rendement en oléorésine
- Figure (1.10) :** Montage de l'extraction assistée par micro-ondes des HE
- Figure (1.11) :** Influence de la puissance et du temps d'extraction sur le rendement en huile essentielles de gingembre sec gris
- Figure (1.12)** Montage de l'extraction assistée par micro-ondes des oléorésines

- Figure (1.13) :** Influence des paramètres opératoires sur le rendement en oléorésine
- Figure (1.14) :** Cinétique d'extraction pour le gingembre broyé et non broyé
- Figure (2.01) :** Cinétique d'extraction d'HE de gingembre obtenue par EV et par MO
- Figure (2.02) :** Cinétique d'extraction d'oléorésines de gingembre obtenue par soxhlet et par MO
- Figure (2.03) :** Profile de la température au cours de l'extraction de l'HE par EV et par MO
- Figure (2.04) :** Comparaison des chromatogrammes de l'HE de gingembre sec obtenue par EV et par MO
- Figure (2.05) :** Comparaison des chromatogrammes de l'huile essentielle de gingembre frais obtenue par EV et MO
- Figure (2.06) :** Proportion de la fraction non oxygéné au sein de l'HE de gingembre frais et sec extraite par EV et MO
- Figure (2.07) :** Comparaison des chromatogrammes d'oléorésine de gingembre sec extraite par l'éthanol pour les deux méthodes : SOXHLET et MO
- Figure (2.08) :** Comparaison des chromatogrammes d'oléorésine de gingembre sec extraite par l'hexane pour les deux méthodes : SOXHLET et MO
- Figure (3.01) :** Modélisation de la cinétique d'extraction de l'HE de gingembre sec, obtenue par EV
- Figure (3.02) :** Modélisation de la cinétique d'extraction de l'HE de gingembre frais, obtenue par EV
- Figure (3.03) :** Modélisation de la cinétique d'extraction de l'HE de gingembre sec, obtenue par MO
- Figure (3.04) :** Modélisation de la cinétique d'extraction de l'oléorésine de gingembre sec, obtenue par soxhlet
- Figure (3.05) :** Modélisation de la cinétique d'extraction de l'oléorésine de gingembre sec, obtenue par MO
- Figure (3.06) :** Mécanismes d'extraction des extraits de gingembre par les deux méthodes
- Figure (3.07) :** Quantité de CO<sub>2</sub> rejeté dans l'atmosphère par les deux méthodes d'extraction
- Figure (3.08) :** Volume du solvant utilisé par les deux méthodes d'extraction

$\epsilon'$ :	Constante diélectrique « permittivité »
$\epsilon''$ :	Facteur de perte
$\varphi$ :	“angle de perte », le déphasage temporel entre l’orientation de la molécule et l’orientation du champ électrique du fait du frottement
<b>d</b> :	Profondeur de pénétration
<b>V</b> :	Volt
<b>MHz</b> :	Méga hertz
<b>GHz</b> :	Giga hertz
<b>ESAM</b> :	Extraction par solvant assistée par micro-ondes
<b>MAP</b> :	Procédé assistée par micro-ondes
<b>MAE</b> :	Extraction assisté par mocro-ondes
<b>ESSAM</b> :	Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes
<b>HD</b> :	Hydrodistillation
<b>EV</b> :	Entrainement à la vapeur
<b>MO</b> :	Micro-ondes
<b>SOXH</b> :	SOXHLET
<b>pa.s</b> :	Pascal. seconde
<b>W</b> :	Watt
<b>X</b> :	La fraction de soluté dans le solide
<b>m</b> :	La masse en gramme
<b>HE</b> :	Huile essentielle
<b>Y</b> :	Rendement d’extraction
<b>T</b> :	Température
<b>GC/MS</b> :	Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse
<b>t</b> :	Temps
<b>z</b> :	$\log \left[ \frac{Y_e}{Y_e - Y(t)} \right]$
<b>k</b> :	Constante de la cinétique du premier ordre du rendement d’extraction
<b>DA</b> :	Dinar algérien

**Les indices :**

<b>i</b> :	Initiale
<b>f</b> :	Finale
<b>EX</b> :	Extrait
<b>MV</b> :	Matière végétale
<b>HE</b> :	Huile essentielle
<b>e</b> :	Équilibre
<b>j</b> :	L’étape d’extraction

## **Propriétés chimiques**

### **1. Indice d'acide (IA)**

Le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1 gramme d'HE

#### **Mode opératoire :**

On pèse 0,5 gramme d'extrait, et on les dissout dans 2 ml d'éthanol, puis on y ajoute 3 gouttes de phénophtaléine, ensuite neutraliser le liquide avec la solution de KOH (0,1N)

L'indice d'acide est donc donné par la relation :

$$IA = \frac{5,61.V}{m} \dots \dots \dots (1)$$

Avec :

V : le volume en millilitres de la solution de KOH ;

M : la masse en grammes de la prise d'essai.

### **2. Indice d'ester (IE) :**

Le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libérés par hydrolyse des esters contenus dans 1 gramme d'huile essentielle.

#### **Mode opératoire :**

Peser 0,5 gramme d'extrait. Ajouter à l'aide d'une burette 6,5ml de la solution de KOH ainsi que des fragments de pierre ponce. Adapter le réfrigérant à reflux au ballon, et le placer ensuite sur le manteau chauffant. Maintenir le ballon sur le manteau chauffant pendant une heure à 100°C. Laisser refroidir le ballon et démonter le tube. Ajouter 0,5 ml d'eau, puis trois gouttes de solution de phénophtaléine. Titrer l'excès d'hydroxyde de potassium avec la solution d'acide chlorhydrique. En parallèle à la détermination, effectuer un essai à blanc, dans les mêmes conditions

L'indice d'ester est donné par la relation :

$$IE = \frac{28,05}{m} (V_0 - V_L) - IA \dots \dots \dots (2)$$

Avec :

V<sub>0</sub> : volume en ml d'HCl pour le blanc ;

V<sub>L</sub> : volume en ml d'HCl pour la détermination ;

m : masse de la prise d'essai (g);

IA : indice d'acide.

## **Propriétés physiques**

### **1. Densité à 20°C**

C'est le rapport de la masse d'un volume d'extrait à 20°C à celle du même volume d'eau distillée à 20°C.

#### **Mode opératoire :**

A l'aide d'un pycnomètre, peser successivement un même volume d'eau distillée (E) et d'huile essentielle (HE). Peser le pycnomètre vide (PV). Entre chaque mesure, le pycnomètre doit être soigneusement nettoyé avec de l'eau et de l'acétone et séché. Mesurer la température de l'huile essentielle.

La Densité relative à température ambiante :

$$d_{TA} = \frac{m_{HE} - m_{PV}}{m_E - m_{PV}} \dots \dots \dots (3)$$

La densité relative à 20°C :  $d_{20}^{20} = d_{TA} / 0,9982 \cdot (0,0007 \cdot (T_A - 20)) \dots \dots \dots (4)$

Avec :

0,9982 g/ml est la masse volumique de l'eau à 20°C ;

0,0007 est un facteur correctif ;

T<sub>A</sub> : température ambiante( C°);

d<sub>TA</sub> : densité à température ambiante.

### **2. Indice de réfraction à 20°C**

Rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'HE maintenue à une température constante.

#### **Mode opératoire**

Placer quelques gouttes d'huile essentielle sur le prisme de manière à ce qu'elle le recouvre complètement. Observer par l'oculaire. Une ligne de séparation entre la partie claire et la partie sombre apparaît dans le champ de vision. Lire la mesure.

L'indice de réfraction à la température de référence t est :

$$n_D^t = n_D^{t'} + 0,0004 \cdot (t' - t) \dots \dots \dots (5)$$

---

## Annexe

---

Avec :

t' la température de référence est de 20°C

t : température de l'extrait

D : valeur de lecture

---

### Mesure de l'humidité :

La détermination de la teneur en eau des échantillons a été réalisée par dessiccation. Après homogénéisation du produit, réduit en fins morceaux, 2 à 5 g d'échantillon ont été introduits dans une capsule. La capsule a été par la suite introduite dans l'étuve chauffée à 105 °C, et incubée jusqu'à un poids constant.

Le taux d'humidité, exprimé en pourcentage par rapport au poids frais des échantillons, est donné comme étant :

$$H\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1} * 100 \dots \dots \dots (6)$$

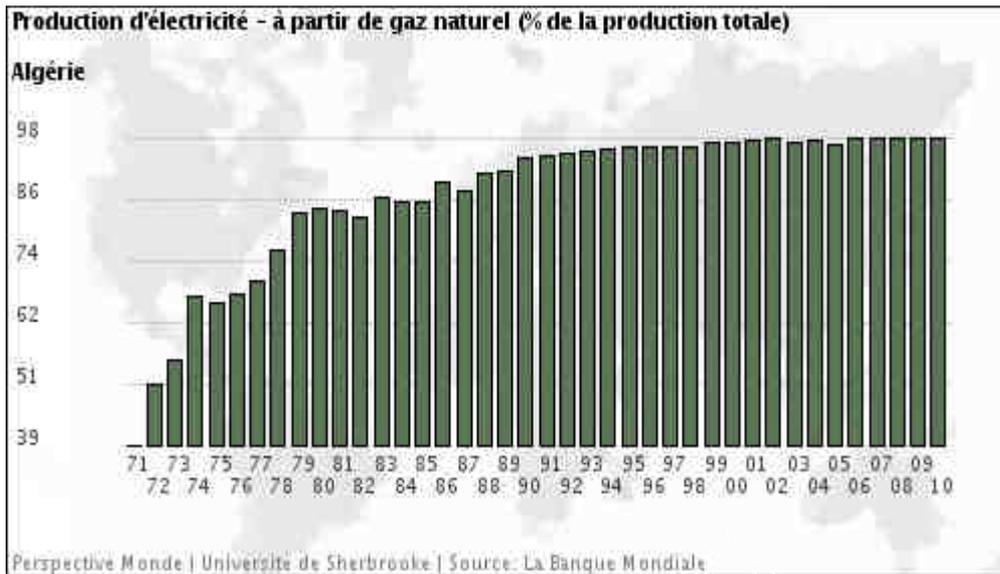
**Avec :**

m1 : la masse de la prise d'essai avant séchage ;

m2 : la masse de la prise d'essai après séchage.

Donc les rendements d'extractions sont calculés par rapport à la base sèche <sup>23</sup> :

$$y_{sec} = \frac{m_{HE}}{(1 - H)m_{frais}} \dots \dots \dots (7)$$



<http://perspective.usherbrooke.ca/>

**Emissions en CO<sub>2</sub> des différentes filières de production d'électricité**

Modes de production	1 kWh Hydraulique	1 kWh Nucléaire	1 kWh Eolien	1 kWh Photo-voltaïque	1 kWh Cycle combiné	1 kWh Gaz naturel (TAC pointe)	1 kWh Fuel	1 kWh Charbon
Emissions de CO <sub>2</sub> par kWh (en grammes)	4	6	3 à 22	60 à 150	427	883	891	978

Source : Etude ACV - DRD

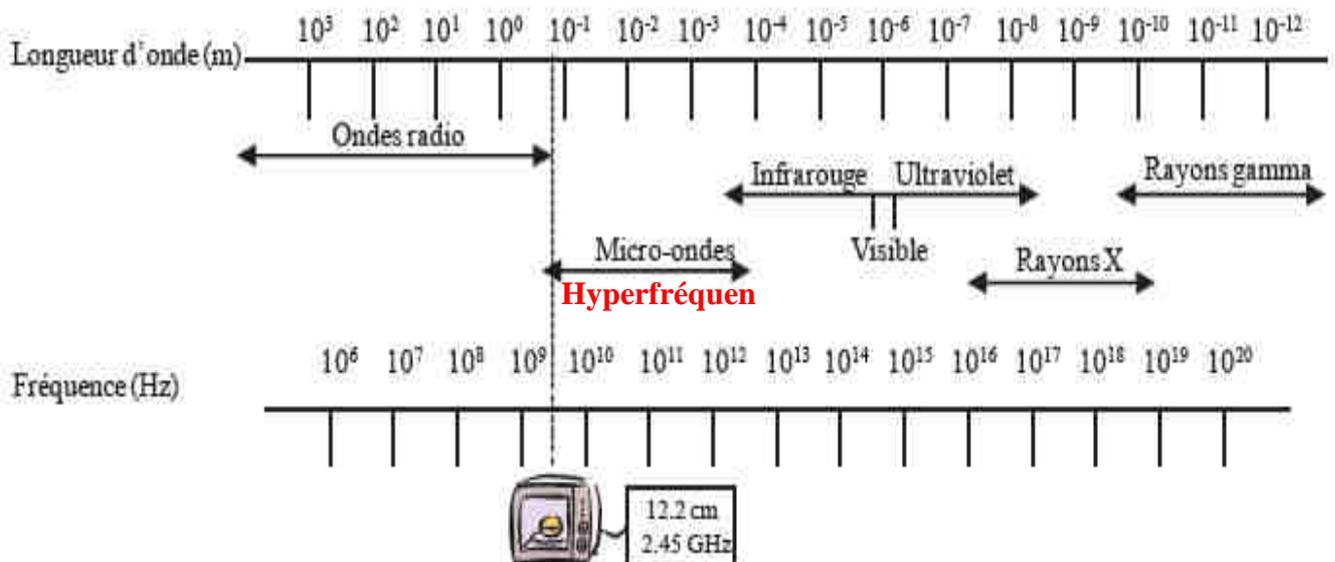


Figure : Spectre électromagnétique.